

**KONVERSI SELULOSA LIMBAH TONGKOL JAGUNG MENJADI
GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKATALIS $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$**

(TESIS)

Oleh

MIRANTI SAFITRI



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

ABSTRACT

CONVERSION OF CORN COB CELLULOSE INTO SUGAR ALCOHOL USING $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ NANOCATALYST

By

MIRANTI SAFITRI

In this research, conversion of corn cob cellulose into sugar alcohol using nanosize $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (with $x = 0,1-0,3$) as catalyst was performed. Catalyst was prepared by sol-gel method using pectin as emulsifier. XRD and TEM data showed formation of nickel zinc ferrite with spinel cubic shape. Particle size according to Debye-Sherrer equation is in the range of 7,42-9,28 nm. Catalyst has Brønsted-lowry and Lewis acid site with acidity in the range of 0,9289-1,0636 mmol/gram. The catalysts were found to have band-gap energy ranging from 2.02 to 2.07 eV, in which the band-gap energy increases with increased Zn concentrations. Corn cob nanocellulose was prepared by stepwise process of delignification, bleaching, and sulfuric acid hydrolysis. The product with cellulose content of 90.09% and crystallinity of 67.12% was obtained, in the form of nanofibrilated cellulose with diameter 20-25 nm. Conversion of corn cobs nanocellulose with $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ catalyst was performed by irradiating the sample with UV lamp of 125 Watt with irradiation times of 30, 45 and 60 minutes. The experimental results demonstrated that the catalyst exhibited activity to breaks the glycosidic bond of cellulose, led to formation of glucose, with the concentration of 0,05-0,10% according to HPLC analysis.

Keywords: corn cob, nanocellulose, nanocatalyst, sugar alcohol, spinel ferrite.

ABSTRAK

KONVERSI SELULOSA LIMBAH TONGKOL JAGUNG MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKATALIS $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$

Oleh

MIRANTI SAFITRI

Dalam penelitian ini telah dilakukan konversi selulosa limbah tongkol jagung menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (dengan $x = 0,1-0,3$). Katalis dibuat menggunakan metode sol gel dengan pektin sebagai pengemulsi. Data XRD dan TEM menunjukkan sudah terbentuknya katalis nikel seng ferrit dengan bentuk kubus spinel. Ukuran partikel berdasarkan persamaan Debye-Scherrer berkisar antara 7,42-9,87 nm. Katalis memiliki situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis dengan jumlah situs asam sebesar 0,9289-1,0636 mmol/gram. Nilai energi *band-gap* katalis dengan DRS sebesar 2,02-2,07 eV. Nilai energi *band-gap* akan meningkat seiring bertambahnya konsentrasi Zn. Nanoselulosa tongkol jagung dipreparasi melalui tahapan delignifikasi, bleaching, dan hidrolisis dengan asam sulfat. Kadar selulosa didapatkan sebesar 92,12% dengan kristalinitas 67,12%. Nanoselulosa yang dipreparasi merupakan nanofibril selulosa dengan diameter 20-25 nm. Konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan dengan irradiasi lampu UV 125 watt dengan waktu 30, 45 dan 60 menit. Katalis aktif memutuskan ikatan glikosidik selulosa menjadi glukosa. Hasil analisis KCKT dari sampel hasil uji fotokatalitik menghasilkan glukosa dengan konsentrasi 0,05-0,10 %.

Kata kunci : gula alkohol, nanokatalis, nanoselulosa, spinel ferit, tongkol jagung,

**KONVERSI SELULOSA LIMBAH TONGKOL JAGUNG MENJADI
GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKATALIS $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$**

**Oleh
MIRANTI SAFITRI**

TESIS

Sebagai salah satu syarat untuk meraih gelar

MAGISTER SAINS

Pada

Program Pascasarjana Magister Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

Judul Tesis : **KONVERSI SELULOSA LIMBAH
TONGKOL JAGUNG MENJADI GULA
ALKOHOL MENGGUNAKAN
NANOKATALIS $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$**

Nama Mahasiswa : **Miranti Safitri**

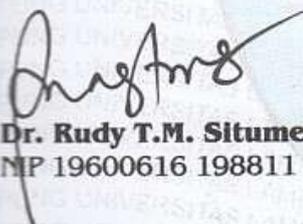
Nomor Pokok Mahasiswa : 1527011010

Program Studi : Magister Kimia

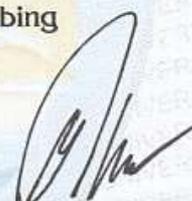
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

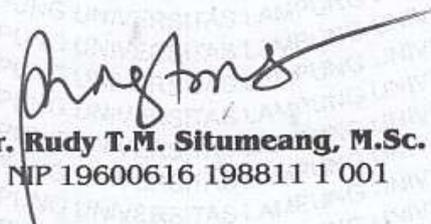


Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616 198811 1 001



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

2. Ketua Program Studi Magister Kimia



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

MENGESAHKAN

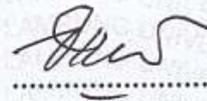
1. Tim Penguji

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

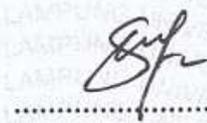


Sekretaris : **Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.**

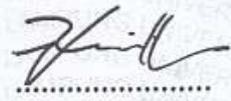
Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Eng. Sripto Dwi Yuwono, M.T.**



Prof. Dr. Buhani, M.Si.



Dr. Rinawati, M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

3. Direktur Program Pascasarjana



Prof. Drs. Mustofa, M.A., Ph.D.
NIP 19570101 198403 1 020

Tanggal Lulus Ujian Tesis : **14 Februari 2018**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa :

1. Tesis dengan judul “Konversi Selulosa Limbah Tongkol Jagung Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokatalis $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$ ” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan atas karya penulis lain dengan cara yang tidak sesuai dengan tata etika ilmiah yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiarisme.
2. Hal intelektual atas karya ilmiah ini diserahkan kepada Universitas Lampung.

Atas pernyataan ini, apabila dikemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menanggung akibat dan sanksi yang diberikan kepada saya; saya bersedia dan sanggup dituntut sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Februari 2018
Pembuat Pernyataan,



Miranti Safitri
NPM. 1527011010

Motto

Niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat (QS. Al Mujadilah : 11)

Everything happens for a reason

Bukan kamu yang hebat, tapi itu semata karena Allah SWT selalu memudahkan urusanmu

**“Education is the most powerful weapon which you can use to change the world.”
- Nelson Mandela**

*Keep your dreams alive and you will survive
(Donny Dhirgantoro - 5 em)*

Syukur tak terhingga kepada Allah SWT atas limpahan Kasih sayang-Nya, sehingga terciptalah karya tulis ini yang dengan penuh cinta dipersembahkan untuk:

Bapak dan mamah tercinta yang telah mendidik dan membesarkan atas segala Do'a, kesabaran, keikhlasan, limpahan kasih sayang, nasehat dan warisan pendidikan yang tak ternilai harganya

Cahaya hidup, Wildan Hakim, Aqeela Yuki Annisa dan Aghniya Sakhi Annisa atas kebahagiaan hidup tak terhingga

Hilman Permadi Kusuma dan Asha Aunaya La Assqiya atas do'a dan dukungannya

Sahabat-sahabat yang selalu memberikan telinga untuk mendengar dan bahu untuk bersandar

Keluarga besar SMK-SMTI Bandar Lampung yang selalu memberikan dukungan, do'a dan motivasinya.

Siswa-siswi tersayang yang selalu memotivasi penulis untuk terus belajar

Seluruh rekan-rekan saudara-saudariku keluarga besar Magister Kimia 2015 yang selalu berbagi kebahagiaan serta almamater Universitas Lampung

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Cianjur pada tanggal 23 Juni 1985, sebagai anak kedua dari empat bersaudara, terlahir dari pasangan Bapak Ade Hamidin dan Ibu Yayah Rohayati.

Penulis menyelesaikan pendidikan dasar di Madrasah Ibtidaiyah (MI) Darul Huda pada tahun 1996, pendidikan tingkat menengah pertama pada tahun 1999 di SMP Negeri 1 Cipanas, dan pendidikan menengah atas pada tahun 2002 di SMAN 1 Cianjur. Pada tahun yang sama, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Institut Pertanian Bogor (IPB) melalui jalur Undangan Seleksi Masuk IPB (USMI) dan berhasil menyelesaikan S1 pada tahun 2007. Pada Tahun 2008, penulis diangkat menjadi pegawai negeri sipil di Kementerian Perindustrian dan ditempatkan di unit kerja SMK-SMTI Bandar Lampung. Pada tahun 2009 penulis melangsungkan pernikahan dengan Wildan Hakim, S.Si dan saat ini sudah dikarunia dua orang putri yaitu Aqeela Yuki Annisa dan Aghniya Sakhi Annisa. Pada tahun 2015 penulis melanjutkan pendidikan ke jenjang strata 2 Magister Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui program Beasiswa Mandiri dari Pusat Pendidikan dan Peatihan (Pusdiklat) Industri, Kementerian Perindustrian.

SANWACANA

Segala Puji bagi Allah, pencipta semesta alam atas nikmat-Nya yang tak terhingga dan kasih sayang-Nya yang tak terbilang sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul “Konversi Selulosa Limbah Tongkol Jagung Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ” yang merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains di Universitas Lampung.

Tidak sedikit kendala yang dihadapi penulis dalam pelaksanaan penelitian dan penulisan tesis ini, tapi dengan kemurahan Allah SWT melalui tangan-tangan orang-orang baik di sekeliling *alhamdulillah* tesis ini dapat terselesaikan. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Rudy T.M. Situmeang, M.Sc selaku Pembimbing I atas seluruh dedikasi yang beliau berikan selama menempuh pendidikan di kampus, atas semua kesabaran, dan bimbingan yang diberikan hingga penelitian dan tesis ini dapat terselesaikan.
2. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku Pembimbing II yang telah membimbing penulis dengan penuh kesabaran, sehingga tesis penulis dapat terselesaikan dengan baik.
3. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T , Prof Buhani, M.Si dan Dr Rinawati, M.Si selaku Pembahas dalam penelitian penulis atas semua bimbingan, dan koreksi sehingga tesis ini dapat terselesaikan.

4. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh dedikasi dan ilmu yang diberikan.
5. Bapak Mujiono selaku Kepala Pusdiklat Industri, Kementerian Perindustrian RI atas bantuan dana tugas belajar pada program Beasiswa Mandiri Pusdiklat Industri Kementerian Perindustrian.
6. Reza Mulyawan atas bantuan analisis HPLC nya, semoga kebbaikannya dibalas oleh Allah SWT, *thanks a lot ya za*.
7. Kak Aqwin Polosoro dan Teh Suci Indarwaty biokim 37 atas bantuan informasinya bagi penulis.
8. Pak Nurdi Setiawan, dan Pak Triyono atas bantuan untuk analisis *Freeze-dry* dan kalsinasi di Balai Pasca Panen, Bogor.
9. Bapak Drs. Heri Purnomo, M.Pd selaku Kepala SMK-SMTI Bandar Lampung periode 2009-2017 atas dukungannya selama penulis melaksanakan izin belajar.
10. Ibu Dra. Sulastri, MTA selaku Kepala SMK-SMTI Bandar Lampung periode 2017-2022 atas dukungannya.
11. Orangtua tersayang, Bapak Ade Hamidin dan Mamah Yayah Rohayati atas seluruh cinta, kasih sayang, kesabaran, keikhlasan, dan doa dalam mendidik ananda, hanya Allah yang dapat membalas semua yang telah diberikan.
12. *Lights of life*, Wildan Hakim dan ananda Aqeela Yuki Annisa dan Aghniya Sakhi Annisa atas pengertian dan cinta tak terhingga.
13. Adinda Hilman Permadi Kusuma dan Asha Aunaya La Asqiya yang sangat mendukung sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini.

14. *Three Musketeers* Arum Widiasmara dan Ari Gunawan, Alhamdulillah penulis melalui ini semua bersama kalian, terima kasih untuk semua yang telah kita lalui bersama.
15. Rekan kerja penelitian Bu Sion Silalahi serta adik-adik Kimia 2013 Esti, Lindawati, Dewi Rumondang, Renita, Widya , Mega, dan Nabila terima kasih untuk semua kerjasama dan bantuannya.
16. Geng KF: Faradilla Syani, Endah Pratiwi dan Hanif Amrulloh atas semua bantuan selama melaksanakan kuliah Kimia Fisik.
17. Rekan-rekan Magister Kimia Angkatan 2015 Bu Emma Hermawati, Mba Annissa , Bu Eka Epriawati, Ria Yunita, dan Ridho Nahrowi terima kasih untuk persaudaraan yang dibina selama menempuh pendidikan di kampus.
18. Mb Liza dan Pak Gani terima kasih atas seluruh bantuan yang diberikan kepada penulis.
19. Rekan kerja di Lab Instrumen SMK-SMTI Bandar Lampung, Pak Zayadi dan Desi Afriani, terima kasih atas pengertian dan dukungannya.
20. Member-member tercinta, Chiimung, Tria, Mba Pirma, Mba April, Mami Desi, Bunda Uci, Mba Anjar, Surini, Rani, Mba Nur, Fetty, Mba Niken.
21. Keluarga besar SMK-SMTI Bandar Lampung atas motivasinya kepada penulis.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan tesis ini masih terdapat kekurangan dan kesalahan, tapi semoga tulisan ini bermanfaat.

Bandar Lampung, Februari 2018
Penulis

Miranti Safitri

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian	7
C. Manfaat Penelitian	7
II. TINJAUAN PUSTAKA	8
A. Gula Alkohol	8
1. Sorbitol	9
2. Mannitol	10
3. Xylitol	11
B. Selulosa	12
C. Tongkol Jagung.....	15
D. Katalis	17
E. Nanokatalis	18
F. Fotokatalis	20
G. Sinar Ultraviolet	23
H. Spinel Ferit	24
I. Preparasi Katalis	26
1. Sol-Gel.....	26
2. Pengeringan Beku (<i>Freeze-Dry</i>)	27
3. Pengeringan dan Kalsinasi	28
J. Karakterisasi Katalis	29
1. Keasaman Katalis	29
2. Penentuan Fasa Kristalin Katalis	32
3. Penentuan Morfologi Permukaan Katalis.....	34
4. Analisis Band-Gap.....	36

III. METODE PENELITIAN	37
A. Waktu dan Tempat Penelitian	37
B. Alat dan Bahan	38
C. Prosedur Penelitian.....	38
1. Sintesis Nanokatalis	38
2. Karakterisasi Katalis	39
a. Analisis Struktur	39
b. Analisis Morfologi	39
c. Analisis Distribusi Ukuran Partikel	40
d. Analisis Keasaman	40
e. Analisis Energi <i>Band-Gap</i>	41
3. Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung	41
4. Analisis Proksimat Selulosa.....	42
5. Karakterisasi Nanoselulosa.....	44
a. Analisis Derajat Kristalinitas	44
b. Analisis Ukuran Partikel Nanoselulosa	44
c. Analisis Morfologi Nanoselulosa.....	45
6. Uji Katalitik	45
7. Analisis Gula Reduksi dengan Metode DNS.....	46
8. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)..	46
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	47
A. Sintesis Nanokatalis.....	47
B. Karakterisasi Katalis.....	50
1. Analisis Struktur Kristalin	50
2. Analisis Ukuran Partikel Katalis.....	56
3. Analisis Morfologi Katalis.....	57
4. Analisis Keasaman	60
5. Analisis Energi <i>Band-Gap</i>	62
C. Preparasi Nanoselulosa Tongkol Jagung.....	67
D. Analisis Proksimat Tongkol Jagung dan nanoselulosa.....	71
E. Karakterisasi Nanoselulosa Tongkol Jagung	69
1. Analisis Derajat Kristalinitas	69
2. Analisis Distribusi Ukuran Partikel	70
3. Analisis TEM Nanoselulosa.....	71
F. Uji Konversi Nanoselulosa Tongkol Jagung.....	72
G. Analisis Hasil Konversi	73

V. SIMPULAN DAN SARAN	86
A. Simpulan	86
B. Saran	87
 DAFTAR PUSTAKA	 88
 LAMPIRAN.....	 97

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi beberapa lignoselulosa pada beberapa biomassa	13
2. Puncak representatif dari masing-masing katalis $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$	51
3. Puncak-puncak representatif dari difraktogram acuan JCPDF	52
4. Ukuran partikel katalis berdasarkan persamaan Scherrer	55
5. Kristalinitas Katalis	59
6. Ukuran partikel katalis berdasarkan mikrograf TEM	59
7. Keasaman nanokatalis	60
8. Nilai energi band-gap nanokatalis $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$	66
9. Analisis proksimat tongkol jagung dan nanoselulosa	68
10. Persentase nanoselulosa terkonversi	73
11. Konsentrasi glukosa pada sampel hasil konversi	76
12. Hasil analisis KCKT pada sampel hasil konversi	80
13. Data absorbansi hasil konversi glukosa	81
14. Data 2θ dan nilai <i>FWHM</i> Difraktogram Fasa Kristalin	102
15. Data Distribusi Ukuran Partikel $Ni_{0,9}Zn_{0,1}Fe_2O_4$	105
16. Data Distribusi Ukuran Partikel $Ni_{0,8}Zn_{0,2}Fe_2O_4$	105
17. Data Distribusi Ukuran Partikel $Ni_{0,9}Zn_{0,1}Fe_2O_4$	106
18. Data Pengukuran Jumlah Situs Asam Katalis	107

19. Data analisis proksimat.....	111
20. Data perhitungan persentase nanoselulosa terkonversi.....	114
21. Data perhitungan kadar glukosa dengan metode DNS.....	115
22. Data luas area standar glukosa dan gula alkohol.....	116

.

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Sorbitol.....	9
2. Struktur Mannitol.....	10
3. Struktur Xylitol	11
4. Struktur Selulosa	13
5. Skema Konversi selulosa menjadi gula alkohol	15
6. Diagram pita energi pada proses fotokatalisis	22
7. Struktur Kristal Spinel Ferite AB_2O_4	25
8. Skema FTIR	31
9. Proses pembentukan puncak pada XRD	33
10. Skema alat <i>Transmission Electron Microscope</i>	35
11. Daerah energi pada semikonduktor.....	36
12. Hasil preparasi prekursor katalis.....	48
13. Serbuk katalis $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$	50
14. Difraktogram katalis $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$	51
15. Pencocokan difraktogram $Ni_{0,9}Zn_{0,1}Fe_2O_4$	53
16. Pencocokan difraktogram $Ni_{0,8}Zn_{0,2}Fe_2O_4$	54
17. Pencocokan difraktogram $Ni_{0,7}Zn_{0,3}Fe_2O_4$	54
18. Distribusi ukuran partikel pada katalis $Ni_{0,9}Zn_{0,1}Fe_2O_4$	56
19. Distribusi ukuran partikel pada katalis $Ni_{0,8}Zn_{0,2}Fe_2O_4$	56

20. Distribusi ukuran partikel pada katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$	57
21. Mikrograf hasil analisis TEM katalis	58
22. Spektrum Inframerah katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$	61
23. Spektrum reflektan dan absorban dari nanokatalis	63
24. Plot Tauc untuk menentukan nilai energi <i>band-gap</i> $\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	64
25. Plot Tauc untuk menentukan nilai energi <i>band-gap</i> $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$	65
26. Plot Tauc untuk menentukan nilai energi <i>band gap</i> $\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$	65
27. Preparasi nanoselulosa tongkol jagung	68
28. Difraktogram nanoselulosa	69
29. Distribusi ukuran partikel nanoselulosa dengan PSA	70
30. Mikrograf nanoselulosa tongkol jagung.....	71
31. Reaktor fotokatalisis	72
32. Analisis gula reduksi dengan pereaksi Fehling.....	74
33. Reaksi DNS dengan gula reduksi.....	75
34. Analisis gula reduksi dengan pereaksi DNS	75
35. Kurva standar glukosa.....	76
36. Grafik Hubungan Waktu terhadap Konsentrasi Glukosa	77
37. Kromatogram standar glukosa dan gula alkohol.....	78
38. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 30 menit	79
39. Kromatogram standar glukosa yang dikonversi menggunakan katalis $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$	82
40. Skema reaksi konversi selulosa menjadi heksitol	84
41. Kromatogram standar campuran senyawa gula	85
42. Skema Prosedur Sintesis Katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$	98

43. Skema Prosedur Uji Katalitik	99
44. Difraktogram katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100
45. Difraktogram katalis $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100
46. Difraktogram katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$	101
47. Difraktogram NiFe_2O_4 Berdasarkan Data JCPDF 44-1485	104
48. Difraktogram ZnFe_2O_4 Berdasarkan Data JCPDF 22-1012	104
49. Kurva Regresi Linier Perhitungan Energi <i>Band-gap</i> Katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$	108
50. Kurva Regresi Linier Perhitungan Energi <i>Band-gap</i> Katalis $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$	109
51. Kurva Regresi Linier Perhitungan Energi <i>Band-gap</i> Katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$	110
52. Difraktogram nanoselulosa tongkol jagung	113
53. Kurva standar glukosa.....	116
54. Kurva standar xylitol.....	117
55. Kurva standar mannitol	117
56. Kurva standar sorbitol	117
57. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 45 menit	118
58. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 60 menit	118
59. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 45 menit	119
60. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 60 menit	119
61. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 45 menit	120
62. Kromatogram hasil konversi nanoselulosa tongkol jagung dengan katalis $\text{Ni}_{0,7}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada waktu 60 menit	120

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Gula merupakan komoditi penting bagi masyarakat Indonesia. Manfaat gula sebagai sumber kalori selain dari beras, jagung dan umbi-umbian menjadikan gula sebagai salah satu bahan kebutuhan pokok. Selain untuk memenuhi kebutuhan pokok, gula juga merupakan bahan pemanis utama yang digunakan sebagai bahan baku pada industri makanan dan minuman. Gula yang paling banyak digunakan di rumah tangga maupun industri yaitu gula pasir (sukrosa). Konsumsi sukrosa yang berlebihan dapat meningkatkan resiko penyakit jantung, kencing manis (diabetes melitus), dan kerusakan gigi (Gibson *et al.*, 2013).

- Menurut Garrow and James (1993) bahan pengganti sukrosa haruslah mempunyai rasa manis, tidak toksik, tidak mahal, tidak bisa difermentasi oleh bakteri plak gigi, berkalori rendah dan harus dapat diproduksi dalam skala industri. Dari persyaratan yang telah disebutkan maka gula alkohol merupakan pengganti sukrosa yang baik.

Senyawaan gula alkohol adalah senyawa poliol yang didefinisikan sebagai turunan sakarida yang gugus keton atau aldehidnya diganti dengan gugus hidroksil. Gula alkohol lebih baik dibandingkan sukrosa karena memiliki nilai

kalori yang lebih rendah, tidak menyebabkan karies gigi (Parizi *et al.*, 2015), memiliki indeks glikemik yang rendah serta dimetabolisme tanpa menggunakan insulin sehingga tidak meningkatkan gula darah dan aman digunakan untuk penderita diabetes (Grembecka, 2016; Livesey, 2003; Mahian and Hakimzadeh, 2016). Karena keunggulannya itulah produksi gula alkohol sebagai pengganti sukrosa maupun pemanis buatan lainnya menjadi sangat potensial untuk dilakukan.

Gula alkohol dapat diproduksi dari penguraian selulosa menjadi glukosa dilanjutkan dengan hidrogenasi glukosa menjadi gula alkohol. Hal ini dikarenakan hidrolisis dari selulosa dapat menghasilkan komponen glukosa lebih dari 5.000 unit sehingga dapat dikonversi menjadi gula-gula alkohol seperti sorbitol, mannitol, dan xylitol (Dhepe and Fukuoka, 2008). Sumber selulosa untuk produksi gula alkohol bisa didapatkan dari residu limbah pertanian seperti bagas tebu, tandan kosong kelapa sawit, dan tongkol jagung (Zhou *et al.*, 2011).

Provinsi Lampung merupakan penghasil jagung terbesar ke-3 di Indonesia setelah Jawa Timur dan Jawa Tengah dan menyumbang 7,6% dari produksi jagung nasional yaitu sebanyak 1,5 juta ton pada tahun 2015 (Badan Pusat Statistik, 2016). Sekitar 45% dari berat biji jagung bertongkol adalah tongkol, yang berarti dari produksi 1,5 juta ton dihasilkan tongkol sebanyak 650 ribu ton. Tongkol jagung memiliki kandungan selulosa 42%, hemiselulosa 33%, lignin 18%, abu 1,5% dan 5,5% bahan lain (Schwietzke *et al.*, 2009). Kandungan selulosa yang tinggi ini menunjukkan bahwa tongkol jagung berpotensi besar untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku industri gula alkohol.

Proses konversi selulosa menjadi senyawa gula alkohol biasa dilakukan dengan proses hidrogenasi katalitik memanfaatkan bantuan katalis baik biokatalis maupun katalis kimia. Penggunaan mikroba sebagai biokatalis untuk konversi selulosa tongkol jagung menjadi xylitol telah dilakukan oleh Rivas *et al.*, (2002) dengan cara fermentasi menggunakan *Debaryomyces hansenii* didapat hasil 62 gr/L xylitol dari 93 gr /L xilosa. Fairus *et al.*, (2013) juga telah melakukan kajian pembuatan xylitol dari tongkol jagung dengan cara fermentasi menggunakan *Candida tropicalis* dengan variabel waktu 12, 24, 36 dan 48 jam dan suhu 30,34 dan 37°C dengan hasil 0,558 gr xylitol/gr xilosa. Latif and Rajoka (2001) menggunakan *Saccaromyces cereviseae* untuk proses sakarifikasi dan fermentasi tongkol jagung kering menjadi etanol dan xylitol dan didapatkan hasil 0,42 gr/gr etanol dan 0,52 gr/gr xylitol.

Beberapa kekurangan dari penggunaan mikroba pada aplikasi komersil konversi selulosa adalah mikroba relatif kurang stabil, sulitnya pemisahan enzim dari campuran hasil reaksi untuk digunakan kembali, waktu reaksi lama serta harganya yang mahal (Badger, 2002). Hasil konversi yang didapatkan dari reaksi biokatalis ini pun masih rendah, sehingga penggunaan katalis heterogen diperlukan untuk meningkatkan hasil konversi. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, katalis Ru/C mampu mengkonversi selobiosa (pada 245°C; 0,5 jam; 6 MPa) menjadi sorbitol sebanyak 34,6 dan mannitol 11,4% sebagai produk samping (Luo *et al.*, 2007), dan katalis Pt/ -Al₂O₃ (pada 190 °C; 24 jam; 5 MPa) dapat menghasilkan sorbitol 25 dan mannitol 6% (Fukuoka and Dhepe, 2006), sedangkan katalis Ni/CNF (pada 230 °C; 4 jam; 6 MPa) dapat menghasilkan

sorbitol 50,3% dan mannitol 6,2% (Van de Vyver *et al.*, 2010). Penggunaan katalis $\text{Ni}_{4.63}\text{CuAl}_{1.82}\text{Fe}_{0.79}$ (pada 488 K; 3 jam; 4 MPa) menghasilkan sorbitol 68.07% (Zhang *et al.*, 2014).

Katalis berbasis nikel, ruthenium dan platina adalah katalis yang paling sering digunakan untuk konversi monosakarida menjadi gula alkohol. Secara umum, katalis berbasis ruthenium dan platina memiliki aktivitas katalitik yang lebih baik dibandingkan katalis berbasis nikel. Namun, katalis berbasis nikel lebih umum digunakan dalam industri. Hal ini dikarenakan harga dari prekursor nikel relatif lebih murah dibandingkan dengan prekursor ruthenium dan platina serta keaktifan yang relatif tidak berbeda. Keaktifan katalis nikel dapat ditingkatkan dengan memadukan nikel dengan logam lain sebagai promotor. Jenis logam yang umum digunakan adalah logam-logam transisi seperti: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, dan Zn yang memiliki orbital d yang masih kekurangan elektron.

El-Kherbawi (2010) mengungkapkan bahwa katalis dengan berbagai macam campuran oksida logam dalam satu sistem katalis mempunyai keaktifan yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan logam tunggal itu sendiri. Ma *et al.*, (2009) menyatakan penambahan logam Zn akan memperkuat struktur spinel ferrit.

Harga yang murah dari katalis berbasis nikel ferit dan kereaktifan yang dapat ditingkatkan dengan memadukan nikel dengan logam seng menjadi pertimbangan preparasi nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan menggunakan prekursor nikel nitrat, seng nitrat, dan Fe (III) nitrat dalam konversi selulosa tongkol jagung menjadi senyawaan gula alkohol.

Katalis dengan ukuran nanopartikel akan memiliki aktifitas yang jauh lebih baik sebagai katalis karena memiliki luas area permukaan yang cukup tinggi dengan rasio atom-atom yang menyebar merata pada permukaan sehingga memudahkan transfer massa reaktan untuk dapat berdifusi sampai masuk ke dalam situs aktif katalis di dalam pori- pori (Widegren and Finke, 2003). Dalam preparasi katalis, pemilihan metode preparasi menjadi faktor penting. Salah satu metode preparasi yang berhasil memberikan katalis berukuran nano adalah metode sol gel. Hal ini dikarenakan prosesnya yang sederhana dengan mencampurkan logam-logam aktif secara bersamaan kedalam prekursor katalis. Raghavender *et al.*, (2011) melakukan metode sol gel untuk preparasi nanokristalin $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan pelarut asam sitrat. Ghasemi dan Mousavina (2013) melakukan preparasi $\text{Ni}_{0,6}\text{Zn}_{0,4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan pelarut asam sitrat menghasilkan partikel berukuran 38-50 nm. Zahi *et al.*, (2007) membandingkan metode *solid state* dengan metode sol-gel dalam pembuatan Ni-Zn ferit dan didapatkan kesimpulan bahwa metode sol gel memberikan kemurnian dan homogenitas yang lebih tinggi, serta ukuran partikel dan energi lebih rendah dibandingkan metode *solid state*. Karena itulah metode sol gel digunakan dalam preparasi nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$.

Proses konversi katalitik selulosa pada umumnya dilakukan pada suhu dan tekanan tinggi karena suhu dan tekanan memegang peranan penting untuk mendapatkan hasil konversi yang optimal. Tapi diperlukan perancangan alat yang khusus dan rumit untuk mendapatkan kondisi suhu dan tekanan optimal tersebut. Cara lain yang telah sering digunakan untuk memacu penguraian senyawa organik berukuran besar adalah dengan bantuan sinar UV. Keuntungan dari cara baru ini

adalah proses konversi katalitik dapat dilakukan pada suhu kamar dan tekanan ruang. Energi yang diperlukan untuk proses katalitik didapatkan dari radiasi lampu UV. Penggunaan irradiasi UV untuk proses konversi katalitik lignoselulosa telah banyak dikembangkan. Zhang *et al.*, (2016) melakukan konversi selulosa menjadi glukosa dan karbon dioksida menggunakan radiasi UV pada fotokatalis TiO₂ dengan waktu reaksi 6 jam untuk siklus pada suhu 20-40°C. Glukosa terdekomposisi menjadi H₂ sebanyak 80-90% dan CO₂ sebanyak 70-80%. Fan *et al.*, (2011) melakukan fotodegradasi 10 gram selulosa dalam 100 ml ZnCl₂ 66 % dan menghasilkan 3,87 gr/L 5-hidroksimetil furfural. Irradiasi dilakukan menggunakan lampu UV 21 W dengan waktu irradiasi selama 2 jam dengan katalis TiO₂. Kaneko *et al.*, (2011) juga melakukan dekomposisi glukosa, pati, dan selulosa melalui proses fotokatalitik menggunakan semikonduktor TiO₂. Irradiasi dilakukan dengan menggunakan lampu xenon 500 W, dan dihasilkan CO₂ sebesar 100% untuk glukosa dan pati, dan 68% untuk selulosa. Tingginya hasil konversi selulosa dengan menggunakan metode fotokatalitik atau irradiasi UV memungkinkan dilakukannya pengembangan metode yang sama pada konversi katalitik selulosa tongkol jagung dengan katalis berbasis nikel yang sudah sering digunakan dalam metode thermal.

Untuk mendapatkan gambaran tentang kaitan antara karakteristik nanokatalis dengan aktivitasnya dalam proses fotokatalitik, katalis akan dikarakterisasi menggunakan metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red* (FITR) untuk mengukur jumlah keasaman dan jenis situs asamnya, fasa kristalin katalis ditentukan menggunakan Difraksi sinar – X (*X-ray Diffraction/XRD*), distribusi ukuran partikel katalis ditentukan dengan *Particle Size Analyzer* (PSA), morfologi

katalis ditentukan dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM), dan energi *band-gap* diukur dengan menggunakan *Diffuse Reflectance Spectrometry* (DRS). Selanjutnya akan dilakukan uji fotokatalitik dengan menggunakan metode irradiasi UV dan produk gula alkohol yang dihasilkan dari uji fotokatalitik akan dianalisis dengan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT).

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mensintesis dan melakukan karakterisasi nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$.
2. Melakukan preparasi dan karakterisasi nanoselulosa dari tongkol jagung
3. Menganalisis potensi aktivitas dari katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dalam mengkonversi selulosa tongkol jagung menjadi gula alkohol.

C. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai isolasi dan karakterisasi nanoselulosa tongkol jagung, sintesis nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$, serta kemampuan nanokatalis tersebut pada proses konversi nanoselulosa tongkol jagung menjadi gula alkohol dengan metode irradiasi UV.

II. TINJAUAN PUSTAKA

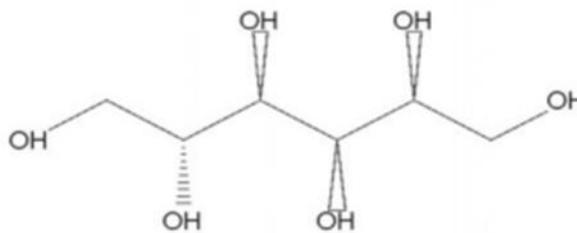
A. Gula Alkohol

Gula alkohol adalah golongan poliol yang gugus karbonilnya (aldehid atau keton) direduksi menjadi gugus hidroksil primer atau sekunder. Gula alkohol memiliki karakteristik yang mirip dengan gula sukrosa tapi memiliki kelebihan karena nilai kalori yang rendah, non-kariogenik (tidak menyebabkan terjadinya karies gigi), memiliki indeks glikemik yang rendah dan dimetabolisme tanpa menggunakan insulin sehingga tidak meningkatkan gula darah dan aman digunakan untuk penderita diabetes (Grembecka, 2016; Livesey, 2003; Mahian and Hakimzadeh, 2016).

Tingkat kemanisan gula alkohol lebih rendah dari monosakarida, sehingga digunakan seperti gula, dan biasanya dikombinasikan dengan pemanis lain untuk mendapatkan tingkat kemanisan yang diinginkan. Seperti halnya karbohidrat, gula alkohol tidak hanya berfungsi sebagai pemanis, tapi juga sekaligus untuk mendapatkan tekstur produk yang tepat, sebagai bahan pengisi, mempertahankan kelembaban, dan memberikan sensasi dingin di mulut. Beberapa jenis gula alkohol yang dikenal diantaranya adalah mannitol, sorbitol and xylitol.

1. Sorbitol

Sorbitol (d-glusitol) dengan rumus kimia $C_6H_{14}O_6$, adalah gula alkohol dengan enam atom karbon, dan ditemukan oleh ilmuwan Perancis pada tahun 1872. Poliol ini secara alami ditemukan dalam apel, pear, aprikot, dan beberapa buah-buahan kering seperti prunes, kurma, dan kismis. Sorbitol dapat diproduksi dari glukosa atau sukrosa dengan cara hidrogenasi katalitik menggunakan gas hidrogen dan katalis Ni pada suhu dan tekanan tinggi (Kusserow *et al.*, 2003). Sorbitol juga dapat diproduksi dengan cara reduksi dekstrosa pada kondisi alkali (Barbieri *et al.*, 2014). Struktur sorbitol ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur sorbitol.

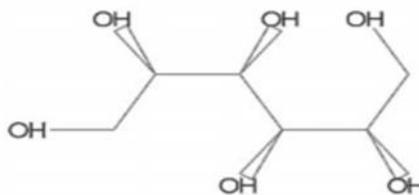
Sorbitol memiliki kalori lebih rendah dari sukrosa, dengan tingkat kemanisan 60% dari sukrosa. Tingkat kelarutannya dalam air 20 kali lebih tinggi daripada mannitol. Sorbitol diproduksi dalam bentuk cairan dan kristal, rasanya manis dan memberikan efek dingin di mulut sehingga banyak digunakan sebagai pemanis dalam pasta gigi.

Sorbitol resisten terhadap fermentasi bakteri di dalam mulut yang dapat memecah gula dan pati melepaskan senyawa asam penyebab lubang gigi dan kerusakan enamel (karies gigi) sehingga disebut bersifat non-kariogenik. Karena sifatnya

itulah, sorbitol banyak digunakan dalam produk kosmetik dan farmasi. Sorbitol bisa ditambahkan pada berbagai macam produk termasuk permen bebas gula, permen karet, dan produk makanan bebas gula lainnya, juga dapat digunakan untuk mencegah hilangnya air dari makanan yang dapat menyebabkan makanan menjadi kering atau keras selama penyimpanan seperti roti dan coklat. Sorbitol dapat digunakan juga sebagai prekursor dalam pembuatan Vitamin C (Silveira and Jonas, 2002).

2. Mannitol

Mannitol adalah gula alkohol dengan enam atom karbon dan merupakan isomer dari sorbitol (Gambar 2). Mannitol digunakan sebagai cadangan karbohidrat oleh beberapa bakteri, jamur, alga coklat dan beberapa tanaman tingkat tinggi.



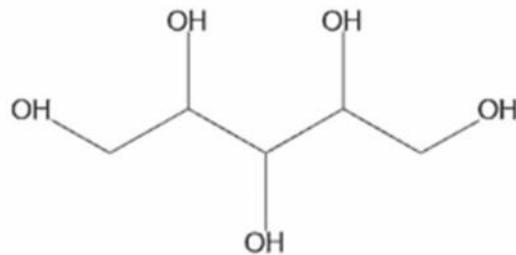
Gambar 2. Struktur Mannitol.

Produksi mannitol dapat dilakukan dengan cara hidrogenasi katalitik campuran glukosa dan fruktosa (1:1) pada suhu dan tekanan tinggi (Ghoreishi and Shahrestani, 2009). Proses tersebut memberikan hasil mannitol hanya 25% dan diperlukan proses pemurnian lebih lanjut, sehingga dikembangkan proses fermentasi dengan menggunakan bakteri untuk menghasilkan konversi seluruhnya dari d-fruktosa menjadi d-mannitol pada kondisi suhu normal.

Mannitol diabsorpsi sangat sedikit, sehingga peningkatan kadar glukosa dalam darah dan kebutuhan insulin lebih sedikit dibandingkan setelah konsumsi glukosa. Mannitol memiliki tingkat kemanisan 50% dari tingkat kemanisan sukrosa dan memiliki efek dingin di mulut.

3. Xylitol

Xylitol adalah poliol dengan lima atom karbon (Gambar 3), ditemukan pada tahun 1891 dan sejak tahun 1960-an telah digunakan sebagai pemanis. Secara alami xylitol dapat ditemukan pada beberapa buah dan sayuran, beri, gandum, jamur, dan diproduksi dalam jumlah kecil pada jaringan manusia (Barbieri *et al.*, 2014).



Gambar 3. Struktur Xylitol.

Substrat utama untuk produksi xylitol adalah xilosa yang biasanya didapatkan dari tanaman birch dan kayu keras lainnya. Sama halnya dengan gula alkohol yang lain, xylitol dapat diproduksi dengan cara hidrogenasi menggunakan katalis logam. Prosesnya diawali dengan isolasi xilan dari kayu diikuti dengan hidrolisis menjadi xilosa. Xilosa dimurnikan terlebih dahulu dengan cara kromatografi, kemudian hasil pemurnian dihidrogenasi dengan katalis nikel. Produksi xylitol secara komersial dilakukan dengan hidrogenasi larutan xilosa, pemurnian dan kristalisasi menjadi bentuk ortorombik.

Produksi xylitol secara bioteknologi telah lama dikembangkan dari tongkol jagung, bagas tebu, dan serat lainnya. Penggunaan ragi juga bisa dilakukan karena xylitol bisa didapatkan sebagai produk antara dalam metabolisme xilosa.

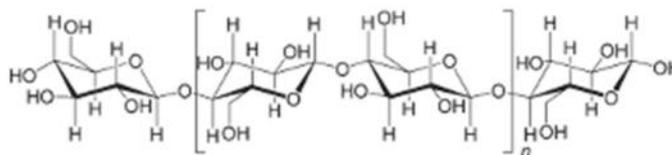
Xylitol memiliki rasa paling manis diantara gula alkohol yang lain. Tingkat kemanisannya sama dengan sukrosa dengan kalori lebih rendah dan tanpa rasa pahit setelah konsumsi. Insulin tidak diperlukan untuk metabolismenya, mudah larut dan menghasilkan sensasi dingin di dalam mulut.

Xylitol digunakan secara luas dalam bidang biomedis. Konsumsi secara rutin dapat mengurangi kerusakan gigi. Selain mengurangi karies gigi, xylitol juga berperan untuk mengurangi pembentukan plak dan menghambat pertumbuhan *Streptococcus mutans* dan *Streptococcus sobrinus* yang bertanggung jawab terhadap kerusakan gigi dan pembentukan plak gigi.

B. Selulosa

Selulosa merupakan komponen utama penyusun dinding sel tanaman. Kandungan selulosa pada dinding sel tanaman tingkat tinggi sekitar 35-50% dari berat kering tanaman (Saha, 2004). Selulosa adalah polisakarida yang tersusun atas molekul-molekul β -D-glukosa, membentuk rantai lurus dan saling terikat satu sama lain oleh ikatan β -1,4-glikosidik. Selulosa memiliki rumus empiris $(C_6H_{10}O_5)_n$, dengan n menunjukkan derajat polimerisasi yakni jumlah satuan glukosa. Unit glukosa pada molekul selulosa terikat kuat karena adanya ikatan hidrogen

intermolekul dan intra molekul (Gambar 4). Panjang rantai molekul selulosa berkisar antara 100-14.000 unit, dengan bobot molekul antara 300.000 – 500.000.



Gambar 4. Struktur Selulosa (Fukuoka and Dhepe, 2006).

Selulosa di alam sangat melimpah, tapi selulosa biasanya terikat sebagai liginoselulosa bersama hemiselulosa dan lignin. Tabel 1 berikut menunjukkan komposisi liginoselulosa pada beberapa biomassa.

Tabel 1. Komposisi liginoselulosa pada beberapa biomassa

Biomassa	Komposisi (% kering)		
	Selulosa	Hemilulosa	Lignin
Serat Jagung	15	35	8
Tongkol Jagung	42	33	18
Brankasan	40	25	17
Jerami	35	25	12
Jerami Gandum	30	50	20
Bagas Tebu	40	24	25

Sumber : Saha (2003)

Pembentukan senyawa kimia dari liginoselulosa atau polimer terpisah, biasanya terjadi melalui pemecahan ikatan polimer menjadi molekul glukosa. Penelitian terdahulu umumnya melakukan konversi pati menjadi senyawa kimia. Karena pati merupakan komponen bahan pangan maka hal ini dianggap kurang menguntungkan karena dapat meningkatkan harga bahan pangan, sehingga penelitian selanjutnya lebih memfokuskan pada konversi selulosa yang berasal

dari limbah-limbah pertanian seperti tongkol jagung, bagas tebu, dan tandan kosong kelapa sawit (Zhou *et al.*, 2011).

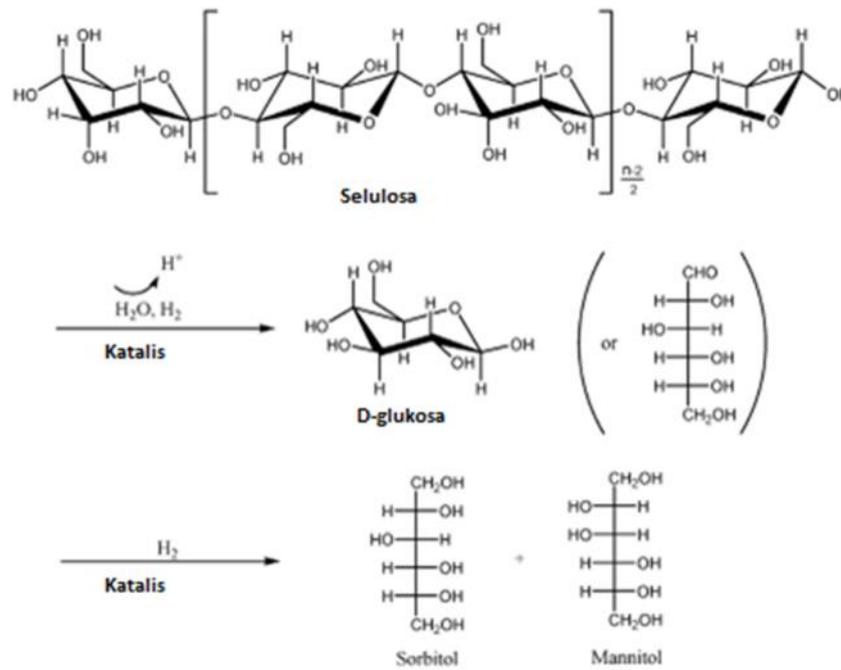
Konversi selulosa tergantung pada berbagai faktor seperti indeks kristalinitas (CrI), derajat polimerisasi (DP) dan fraksi reduksi gugus ujung (F) terkait dengan substrat (Zhang *et al.*, 2004). Diantara faktor-faktor tersebut, CrI adalah faktor utama, karena jika selulosa memiliki struktur kristal yang sempurna sangat sulit untuk katalis berinteraksi dengan situs dalam dari kristal. Akibat kekakuan strukturnya inilah yang membuat selulosa kristalin sulit untuk didegradasi. Hal ini menunjukkan bahwa bentuk amorf selulosa lebih rentan terhadap hidrolisis daripada bentuk kristalinnya (Dhepe *et al.*, 2008).

Konversi katalitik selulosa menjadi gula alkohol seperti sorbitol dan mannitol telah banyak dilakukan. Gula alkohol dapat diproduksi dari penguraian selulosa menjadi glukosa dilanjutkan dengan hidrogenasi glukosa menjadi gula alkohol, seperti ditunjukkan oleh skema pada gambar 5.

Proses konversi selulosa umumnya dilakukan dengan bantuan katalis logam. Logam nikel fosfida digunakan sebagai katalis untuk konversi selulosa dan dihasilkan sorbitol sebagai produk dengan persentase paling banyak dan dihasilkan poliol lain seperti mannitol, etilen glikol, 1,2-propilen glikol, dan xylitol (Ding *et al.*, 2010).

Katalis Ru/C disimpulkan memiliki aktivitas paling tinggi untuk konversi selulosa dengan kristalinitas 33% dibandingkan logam lainnya seperti Fe, Co, Ni, Pd, Pt,

Rh, Ir, Ag, dan Au dengan jumlah sorbitol dihasilkan sebanyak 36 % (Deng, *et al.*, 2009).



Gambar 5. Skema konversi selulosa menjadi gula alkohol (Zhou *et al.*, 2011)

Katalis Ru/C mampu mengkonversi selobiosa (pada 245°C; 0,5 jam; 6 MPa) menjadi sorbitol sebanyak 34,6% dan mannitol 11,4% sebagai produk samping (Luo *et al.*, 2007), dan katalis Pt/ -Al₂O₃ (pada 190 °C; 24 jam; 5 MPa) dapat menghasilkan sorbitol 25% dan mannitol 6% (Fukuoka and Dhepe, 2006), sedangkan katalis Ni/CNF (pada 230 °C; 4 jam; 6 MPa) dapat menghasilkan sorbitol 50,3% dan mannitol 6,2% (Van de Vyver *et al.*, 2010). Penggunaan katalis Ni_{4.63}CuAl_{1.82}Fe_{0.79} (pada 488 K; 3 jam; 4 MPa) menghasilkan sorbitol 68.07% (Zhang *et al.*, 2014).

C. Tongkol jagung

Tongkol jagung merupakan bagian dari buah jagung yang telah diambil bijinya. Kandungan terbesar dari tongkol jagung adalah serat (fiber), kemudian selulosa dan hemiselulosa. Kandungan serat yang tinggi ini menyebabkan tongkol jagung memiliki pencernaan yang rendah saat digunakan untuk pakan ternak. Proses fermentasi seringkali dilakukan untuk meningkatkan pencernaan tongkol jagung sebagai bahan baku pakan ternak (Rosita and Safitri, 2012).

Berdasarkan kandungan lignoselulosa, tongkol jagung memiliki kandungan selulosa 42%, hemiselulosa 33% dan lignin 18% (Saha, 2003; Schwietzke *et al.*, 2009). Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada tongkol jagung ini berpotensi untuk dikembangkannya konversi selulosa dari tongkol jagung menjadi senyawa lain yang lebih bernilai ekonomis. Tongkol jagung bisa digunakan sebagai bahan baku pembuatan asam sitrat dengan cara enzimatik (Hang *et al.*, 2001), pembuatan gula (Hang *et al.*, 1999) dan pembuatan etanol dari hidrolisatnya (Beall and Ingram, 1992; Chen *et al.*, 2010; Lima *et al.*, 2002; Syawala *et al.*, 2013). Ashour *et al.*, (2013) menemukan bahwa selain sebagai bahan baku untuk pembuatan senyawa-senyawa kimia diatas, tongkol jagung juga berpotensi untuk menghasilkan senyawa metabolit sekunder, diantaranya fenilpropanoids, flavonoid (tricin dan kaemferol) dan 4 senyawa sterol tumbuhan.

Tongkol jagung telah dikembangkan juga untuk proses produksi gula alkohol, pada umumnya dilakukan proses konversi hemiselulosa tongkol jagung menjadi xylitol menggunakan mikroba (Fairus *et al.*, 2013; Latif and Rajoka, 2001; Rivas *et al.*, 2002).

D. Katalis

Berzelius pada 1835 pertama kali mengemukakan istilah katalis. Katalis didefinisikan sebagai zat atau substansi yang dapat mempercepat reaksi (dan mengarahkan atau mengendalikannya), tanpa dikonsumsi oleh reaksi, namun bukannya tanpa bereaksi. Katalis bersifat mempengaruhi kecepatan reaksi, tanpa mengalami perubahan secara kimiawi pada akhir reaksi.

Peristiwa/fenomena/proses yang dilakukan oleh katalis ini disebut katalisis.

Katalis mempunyai tiga fungsi katalitik, yaitu:

1. **Aktivitas** (berkaitan dengan kemampuannya mempercepat reaksi)
2. **Selektivitas atau spesifitas** (berkaitan dengan kemampuannya mengarahkan suatu reaksi), dan
3. **Stabilitas atau *lifetime*** (berkaitan dengan kemampuannya menahan hal-hal yang dapat mengarahkan terjadinya deaktivasi katalis).

Untuk setiap reaksi yang dikatalisisnya, katalis harus mempunyai aktivitas kimia, selektivitas dan stabilitas yang cukup tinggi. Peningkatan aktivitas tersebut memberikan beberapa keuntungan sebagai berikut:

- Kecepatan reaksi yang lebih tinggi untuk kondisi operasi yang sama.
- Kecepatan reaksi yang sama, tetapi dengan output yang lebih tinggi atau ukuran reaktor yang lebih kecil.
- Kecepatan reaksi yang sama pada kondisi yang lebih lunak (berupa suhu atau tekanan operasi yang lebih rendah, dengan *yield* meningkat, operasi menjadi lebih mudah, deaktivasi berkurang dan selektivasi yang lebih baik

Secara umum, katalis dikelompokkan menjadi dua kelompok yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis dan reaktan berada dalam fase yang sama pada katalis homogen. Katalis homogen memiliki keunggulan yaitu aktivitas dan selektivitasnya tinggi, tidak mudah teracuni oleh keberadaan pengotor, mudah dioperasikan, mudah dimodifikasi dan mudah untuk dipelajari. Katalis jenis ini memiliki kekurangan yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi, dan kurang stabil pada suhu tinggi. Karena alasan-alasan tersebut, katalis homogen terbatas penggunaannya di industri, biasanya dalam pembuatan zat kimia khusus, obat-obatan dan makanan.

Katalis heterogen, adalah katalis dan reaktan berada pada fase yang berbeda. Katalis heterogen memiliki sifat yang mudah dipisahkan dari campuran reaksi, tahan dan stabil terhadap suhu relatif tinggi, mudah disiapkan dalam bentuk pellet katalis padat dan konstruksinya sederhana untuk tujuan praktis. Penggunaan katalis heterogen saat ini lebih disukai dibandingkan dengan katalis homogen (Cherkendroff and Niemantsverdriet, 2003).

E. Nanokatalis

Nanokatalis didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10 – 100 nm (Mohanraj and Chen, 2006).

Nanokatalis telah banyak menarik perhatian para peneliti karena material nanokatalis menunjukkan sifat fisika dan kimia yang berbeda dari *bulk* materialnya, sifat-sifat tersebut seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik (Mahaleh *et al.*, 2008).

Ada dua hal utama yang membuat nanokatalis berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*) yaitu: (a) karena ukurannya yang kecil, nanokatalis memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanokatalis bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain; (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum. Sifat-sifat tersebut dapat menjadi keunggulan nanokatalis dibandingkan partikel sejenis dalam keadaan *bulk* (Abdullah dkk., 2008).

Nanokatalis memiliki aktivitas yang lebih baik sebagai katalis karena material nanokatalis memiliki permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya. Sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003). Selain itu nanokatalis telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis untuk menghasilkan bahan bakar dan zat kimia serta menangani pencemaran lingkungan (Sietsma *et al.*, 2007).

Banyak metode yang telah dikembangkan untuk sintesis nanokatalis, seperti metode pemanasan sederhana dalam larutan polimer (Abdullah dkk, 2008), metode pembakaran (*combustion*), metode sintesis koloid (Soderlind, 2008), metode kopresipitasi (Deraz *et al.*, 2013; Pinna, 1998), dan metode sol-gel (Ismunandar, 2006; Paveena *et al.*, 2010).

F. Fotokatalis

Fotokatalis didefinisikan sebagai material yang dapat menyerap cahaya, memproduksi pasangan *electron-hole* yang menyebabkan terjadinya transformasi kimia dari reaktan dan membentuk komposisi kimia baru pada setiap siklusnya (Ramirez *et al.*, 2015). Reaksi yang menggunakan fotokatalis dan memanfaatkan energi cahaya untuk proses dekomposisi bahan kimia disebut reaksi fotokatalisis.

Ada dua tipe fotokatalisis yaitu fotokatalisis homogen dan fotokatalisis heterogen. Fotokatalisis homogen adalah proses fotokatalitik yang berlangsung pada suatu sistem dalam satu fasa, dan biasanya dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalisis heterogen adalah proses fotokatalitik yang memanfaatkan bahan semikonduktor dalam bentuk serbuk/partikel dan penggunaannya sebagai fotokatalis yang dilakukan dalam suspensi.

Proses dekomposisi bahan kimia pada proses katalisis heterogen pada umumnya akan terjadi melalui lima tahap :

1. Proses transfer reaktan pada fase cairan ke permukaan
2. Adsorpsi reaktan
3. Reaksi pada fase teradsorpsi
4. Desorpsi produk
5. Penghilangan produk dari bagian antarmuka.

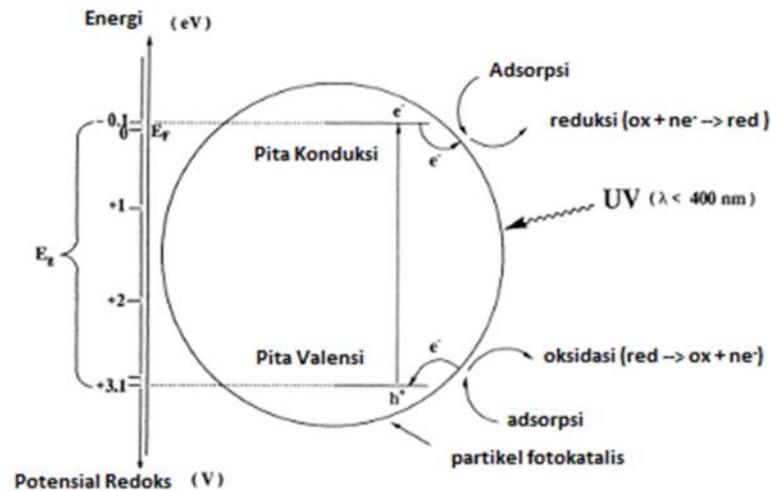
Reaksi fotokatalitik akan terjadi pada fase teradsorpsi (tahap ke-3).

Fotokatalisis dan reaksi katalisis konvensional terjadi melalui mekanisme yang sama, hanya saja proses aktivasi katalis yang dilakukan pada reaksi konvensional

dilakukan dengan aktivasi termal digantikan dengan aktivasi oleh foton pada reaksi fotokatalisis.

Pada proses fotokatalitik heterogen, semikonduktor yang digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalconide* (oksida : TiO_2 , ZnO , ZrO , CeO_2 atau sulfida: ZnS , CdS). Semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis karena memiliki daerah energi yang kosong (*void energy region*) yang disebut celah pita energi (energi *band-gap*), yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi yang tidak menyediakan tingkat-tingkat energi untuk mempromosikan rekombinasi elektron dan *hole* yang diproduksi oleh suatu fotoaktivasi dalam semikonduktor tersebut.

Katalis semikonduktor ini akan berfungsi sebagai katalis jika diiluminasi dengan foton yang memiliki energi yang setara atau lebih dari energi *band-gap* (E_g) semikonduktor yang digunakan ($h\nu \geq E_g$). Induksi oleh sinar tersebut akan menyebabkan terjadinya eksitasi elektron (dari pita valensi ke pita konduksi) dalam bahan semikonduktor (Richardson, 1989). Hal ini dikarenakan, iluminasi foton akan mengakibatkan terbentuknya pasangan elektron (e^-) dan *hole* (h^+) yang dipisahkan menjadi fotoelektron bebas pada pita konduksi dan *fotohole* pada pita valensi (Gambar 6).



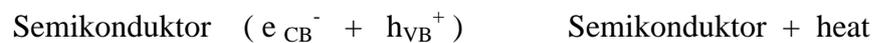
Gambar 6. Diagram pita energi pada proses fotokatalisis (Herrmann, 1999).

Reaksi yang terjadi pada peristiwa ini adalah:



Ada beberapa kemungkinan yang terjadi pada pada pasangan *electron-hole*, yaitu:

1. Sebagian pasangan berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*).
2. Pasangan elektron-*hole* berekombinasi di permukaan (*surface recombination*) atau pada *bulk* partikel hanya dalam waktu beberapa *nanosecon* (energi hilang sebagai panas).
3. Reaksi rekombinasi pasangan elektron-*hole* dapat dituliskan sebagai berikut:



4. Pasangan elektron masing-masing dapat bereaksi dengan spesies donor (D) dan akseptor (A) yang teradsorpsi di permukaan partikel. Dengan kata lain elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi akan mengoksidasi substrat (D) baik secara

langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal *hidroksil*.

Fenomena ini mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



Beberapa kemungkinan reaksi yang dapat terjadi pada ion-ion radikal yang terbentuk (A^- dan D^+) antara lain adalah:

- a. A^- dan D^+ bereaksi antar sesama ion-ion radikal atau bereaksi dengan adsorbat-adsorbat (spesies yang teradsorbsi ke permukaan).
- b. A^- dan D^+ berekombinasi melalui transfer elektron balik untuk membentuk keadaan tereksitasi dari salah satu reaktan atau melepaskan panas
- c. A^- dan D^+ berdifusi dari permukaan semikonduktor dan berpartisipasi dalam reaksi kimia yang terjadi dalam medium larutan.

G.Sinar Ultraviolet (UV)

Cahaya dapat digunakan sebagai pemacu terjadinya reaksi kimia untuk mendapatkan seleksi transformasi pada dekomposisi bahan kimia. Radiasi ultraviolet mempunyai kemampuan yang tinggi untuk menyebabkan terjadinya proses dekomposisi karena energinya yang tinggi dibandingkan radiasi inframerah dan cahaya tampak (Ibhadon *et al.*, 2013). Sumber radiasi ultraviolet bisa didapatkan dari sinar matahari atau cahaya buatan.

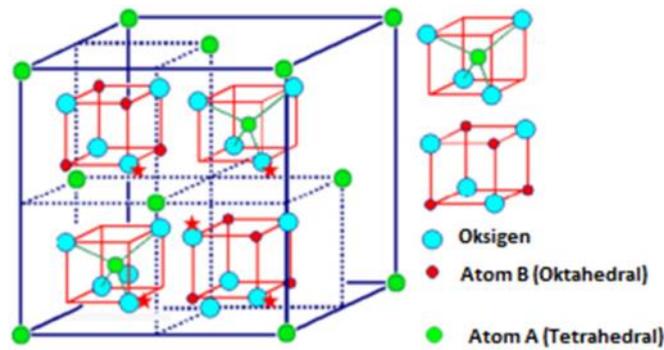
Radiasi ultraviolet (UV) matahari adalah energi elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 200-400 nm dan mempunyai energi lebih besar dibanding

cahaya tampak. Berdasarkan panjang gelombangnya, radiasi UV matahari terbagi atas :

1. UV-A dengan panjang gelombang 320-400 nm merupakan panjang gelombang tinggi dan memancarkan radiasi yang besarnya konstan sepanjang tahun. Radiasi ini dapat menyebabkan penuaan dini pada kulit.
2. UV-B dengan panjang gelombang 280-320 nm merupakan panjang gelombang pendek dan lebih intens dibanding UV-A. UV-B lebih kuat terabsorpsi oleh beberapa polutan biomolekul.
3. UV-C dengan panjang gelombang 200-280 nm merupakan radiasi UV yang paling intensif dan berbahaya serta berpotensi untuk menimbulkan kerusakan pada organisme.

H. Spinel Ferit

Spinel ferit adalah katalis yang memiliki rumus umum AB_2O_4 dimana A adalah kation-kation bervalensi 2 seperti Fe, Ni, Mo, Zn dan logam lainnya, yang menempati posisi tetrahedral dalam struktur kristalnya dan B adalah kation-kation bervalensi 3 seperti Fe, Mn, Cr dll., yang menempati posisi oktahedral dalam struktur kristalnya, serta terdistribusi pada *lattice fcc* yang terbentuk oleh ion O (Kasapoglu *et al.*, 2007 ; Almeida *et al.*, 2008 ; Iftimie *et al.*, 2006). Gambar 7 berikut adalah struktur kristal spinel ferit.



Gambar 7. Struktur kristal spinel ferit AB_2O_4 (Ghesami and Mousavina, 2014).

Berdasarkan sisi kemungkinan interstitialnya, ferit dapat dikategorikan dalam tiga perbedaan kelas seperti normal, terbalik atau campuran spinel. Beberapa ferit mengandung komposisi dua atau lebih ion divalen (Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} dan lain-lain) (Sakurai *et al.*, 2008).

Salah satu spinel ferit yang telah banyak digunakan sebagai katalis adalah nikel ferit ($NiFe_2O_4$). Nikel ferit ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) yang mana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) hal ini dapat dituliskan dengan rumus $(Fe^{3+}_{1.0})[Ni^{2+}_{1.0}Fe^{3+}_{1.0}]O^2-_4$ (Kasapoglu *et al.*, 2007 ; Maensiri *et al.*, 2007). $NiFe_2O_4$ telah banyak digunakan sebagai katalis untuk benzoilasi toluen dengan benzil klorida dan kemampuan sebagai sensor gas klorin pada konsentrasi rendah (Ramankutty and Sugunan, 2001 ; Reddy *et al.*, 1999 ; Iftimie *et al.*, 2006) dan sebagai katalis dalam reaksi hidrogenasi CO_2 dan H_2 menjadi senyawa alkohol (Situmeang *et al.*, 2010).

I. Preparasi Katalis

Pemilihan metode preparasi yang tepat akan mempengaruhi karakteristik katalis yang diinginkan seperti mempunyai aktivitas, selektivitas, stabilitas, dan ukuran katalis. Tujuan utama dari metode preparasi katalis adalah mendistribusikan logam aktif katalis pada permukaan penyangga dengan cara yang efisien.

Beberapa tahapan metode preparasi katalis adalah sebagai berikut:

1. Sol-gel

Metode sel-gol adalah suatu metode sintesis dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan fasa sol. Sol adalah suatu sistem koloid padatan yang berdispesi dalam cairan, sedangkan gel adalah sistem padatan yang porinya mengandung cairan (Ismunandar, 2006).

Proses sel-gol merupakan proses serbaguna yang digunakan untuk membuat material keramik ataupun gelas. Pada umumnya proses sol-gel melibatkan transisi pada sistem dari fasa sol menjadi fase gel.

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

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

2. Pengerinan Beku (Freeze-Dry)

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

Pengerinan beku (*freeze dry*) adalah salah satu metode pengeringan yang mempunyai keunggulan dalam mempertahankan mutu hasil pengeringan, khususnya untuk produk-produk yang sensitif terhadap panas.

Keunggulan pengeringan beku, dibandingkan metoda lainnya, antara lain adalah:

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

Menurut Liapis *et al.*, (1994), proses pengeringan beku terdiri dari tahapan:

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

3. Pengeringan dan Kalsinasi

Kalsinasi dilakukan pada temperatur tinggi dengan tujuan untuk melakukan dekomposisi komponen prekursor dan umumnya dilakukan dalam lingkungan oksigen. Transformasi yang terjadi pada proses kalsinasi adalah: dekomposisi komponen prekursor pada pembentukan spesi oksida, reaksi antara oksida yang terbentuk dengan penyangga dan sintering komponen prekursor (Pinna, 1998). Proses preparasi katalis juga dapat dilakukan dengan cara yang lainnya yaitu dengan perlakuan ultrasonik, penambahan kombinasi promotor dan juga pertukaran ion. Perlakuan ultrasonik ini dapat mempengaruhi struktur atom dan

molekul katalis yaitu membuat ukuran partikel inti aktif katalis menjadi lebih halus. Selain itu, pemberian perlakuan ini juga dapat meningkatkan aktivitas, selektivitas dan stabilitas katalis. Penambahan kombinasi promotor dapat meningkatkan ketahanan terhadap terbentuknya deposit karbon. Melalui pertukaran ion katalis yang dipreparasi ini mempunyai ikatan logam penyangga yang lebih kuat dan mempunyai keaktifan yang lebih tinggi.

J. Karakterisasi Katalis

1. Keasaman Katalis

Metode yang dipakai untuk mengukur keasaman katalis dengan metode gravimetri dan metode FTIR (*Fourier Transform Infra Red*). Pada metode gravimetri dapat diukur jumlah gas yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Sedangkan pada metode FTIR dapat diketahui serapan basa yang terikat oleh katalis asam.

a. Gravimetri

Keasaman dari suatu katalis adalah jumlah asam, kekuatan asam serta gugus asam Lewis dan asam Brønsted-Lowry dari katalis. Menurut Lewis, asam adalah spesies yang dapat menerima elektron (akseptor elektron) dan basa adalah spesies yang dapat menyumbangkan elektron (donor elektron).

Menurut Bronsted-Lowry asam adalah spesies yang dapat menyumbangkan proton atau lebih sering disebut donor proton dan basa adalah spesies yang dapat menerima proton (Fessenden and Fessenden, 1995).

Pada metode gravimetri dapat diukur jumlah gas yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Jumlah asam pada suatu padatan dapat diperoleh dengan

cara mengukur jumlah basa yang teradsorpsi secara kimia (kemisorpsi) dalam fase gas. Basa gas yang terkemisorpsi pada situs asam yang kuat akan lebih stabil dan akan lebih sukar terdesorpsi dari situs daripada basa yang terkemisorpsi pada situs asam yang lebih lemah. Basa yang dapat digunakan adalah amoniak, piridin, piperidin, quinolin, trimetil amin, dan pirol yang teradsorpsi pada situs asam dengan kekuatan adsorpsi yang proporsional dengan kekuatan asam (Richardson, 1989)

Banyak mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung pada persamaan berikut ini:

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

Dimana W_1 = Berat wadah kosong

W_2 = Berat wadah + cuplikan

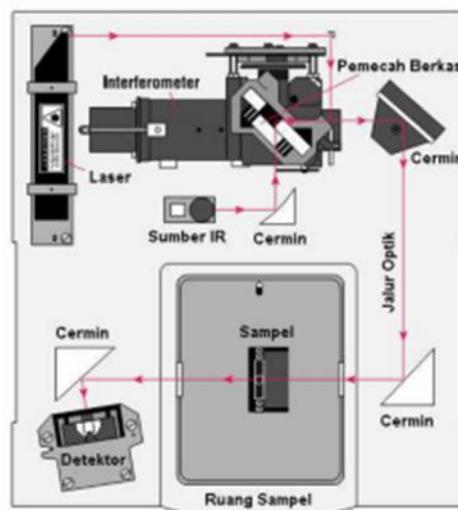
W_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin

b. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra Red (FTIR) adalah spektrofotometer yang memanfaatkan sinar inframerah dekat, ialah sinar yang berada pada jangkauan panjang gelombang 2,5-25 μm atau jangkauan frekuensi 400-4000 cm^{-1} . Sinar ini muncul akibat vibrasi atom-atom pada posisi kesetimbangan molekul dan kombinasi vibrasi dengan rotasi menghasilkan spektrum vibrasi rotasi (Harley and Wiberley, 1954).

Prinsip kerja dari FTIR adalah sebagai berikut: Sinar dari sumber dibagi menjadi dua berkas, yakni satu berkas melalui cuplikan (berkas cuplikan) dan satu berkas lainnya sebagai baku, kedua berkas itu dipantulkan oleh chopper yang berupa cermin berputar (~10 x perdetik). Hal ini menyebabkan berkas cuplikan dan berkas baku dipantulkan secara bergantian ke kisi difraksi. Kisi difraksi berputar lambat, dan setiap frekuensi dikirim ke detektor yang mengubah energi panas menjadi energi listrik. Jika pada frekuensi cuplikan menyerap sinar, detektor akan menerima intensitas berkas baku yang besar dan berkas cuplikan yang lemah secara bergantian. Hal ini menimbulkan arus bolak-balik dalam detektor lalu akan diperkuat oleh amplifier. Arus bolak-balik yang terjadi digunakan untuk menjalankan suatu motor yang dihubungkan dengan suatu alat penghalang berkas sinar yang disebut baji optik. Gerakan baji dihubungkan pena alat rekorder sehingga gerakan baji ini merupakan pita serapan pada spektra (Harley and Wiberley, 1954). Skema alat FTIR ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema FTIR (Harley and Wiberley, 1954).

Spektra yang dihasilkan dari FTIR, jenis situs asam (Brønsted-Lowry dan Lewis) yang terdapat pada katalis dapat diketahui melalui puncak-puncak serapan yang dihasilkan dari interaksi basa adsorbat dengan situs-situs asam tersebut. Pada penggunaan piridin sebagai basa adsorbat, situs asam Bronsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1485-1500, ~1620 dan ~1640 cm^{-1} , Sedangkan situs asam Lewis ditandai dengan puncak-puncak serapan pada bilangan – bilangan gelombang 1447-1460, 1488-1503, ~1580, dan 1600-1633 cm^{-1} (Parry, 1963).

2. Penentuan Fasa Kristalin Katalis

Analisis struktur kristal katalis dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (*X-ray Diffraction/XRD*). Dalam karakteristik katalis, pola difraksi terutama digunakan untuk mengidentifikasi fase kristalografi yang hadir dalam katalis. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu material berdasarkan fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel suatu material.

Metode XRD didasarkan pada fakta bahwa pola difraksi sinar-X untuk masing-masing material kristalin adalah spesifik. Dengan demikian, bila pencocokan yang tepat dapat dilakukan antara pola difraksi sinar-X dari sampel yang tidak diketahui dengan sampel yang telah diketahui, maka identitas dari sampel yang tidak diketahui itu dapat diketahui (Skoog and West, 1982).

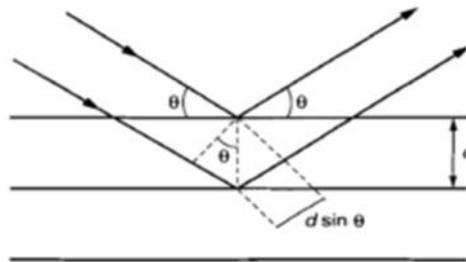
Pada difraksi sinar-X terjadi hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg (Cullity, 1978).

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

Dimana:

- d : Jarak antara dua bidang kisi (nm)
- θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal
- n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan
- λ : Panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm)

Gambar 9 berikut menunjukkan proses terjadinya pembentukan puncak-puncak difraksi pada XRD.



Gambar 9. Proses pembentukan puncak pada XRD.

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

pada pola XRD mewakili satu puncak bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi.

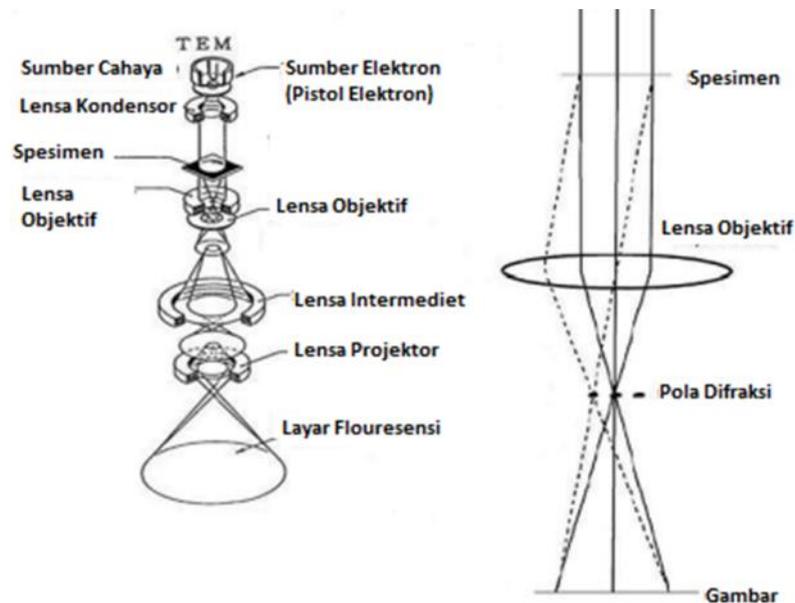
4. Penentuan Morfologi Permukaan Katalis

Analisis morfologi kristalin katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM). TEM merupakan salah satu dari banyak alat nanoteknologi yang sangat penting untuk menggambarkan bentuk, struktur, serta distribusi pori padatan dari material nano dengan resolusi sub-nanometer (*High-Resolution TEM*). Pada teknik ini sebuah spesimen tipis digambarkan oleh sebuah sinar elektron, yang mana diradiasikan melalui sampel dengan ketebalan yang seragam. Tipe tegangan dalam pengoperasian TEM biasanya sekitar 80-200 KV. Sumber elektron yang diemisikan bersumber dari sebuah *thermionic [filament tungsten (W) atau lantanum heksaborida (LaB6)]*. Celah cahaya dan area spesimen yang disinari dikontrol oleh serangkaian lensa kondensor. Fungsi dari lensa objektif adalah untuk menggambarkan maupun membentuk pola difraksi dari sebuah spesimen.

Pola difraksi elektron berfungsi untuk mengidentifikasi struktur kristalografi dari sebuah material. Biasanya dalam hal karakterisasi nanopartikel, untuk mengidentifikasi ukuran dan distribusi nanopartikel dapat digunakan mode penggambaran, sedangkan untuk mengetahui struktur kristalin dapat digunakan mode difraksi. Distribusi intensitas elektron dibalik spesimen diperbesar dengan tiga atau empat lensa bertingkat dan digambarkan pada lensa *fluorescent*. Gambar yang dihasilkan ditangkap diatas pelat fotografi atau kamera CCD. Kapasitas analisis pada TEM telah ditingkatkan dengan integrasi dengan beberapa teknik

yang unggul pada instrument. Teknik ini termasuk spektroskopi, seperti analisis *energy dispersive X-rays* (EDX) dan *electron energy loss spectroscopy* (EELS) (Ayyad, 2011).

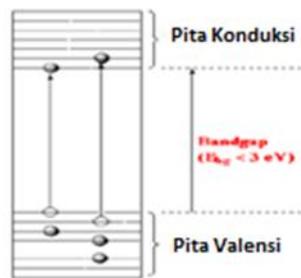
Analisis TEM juga dapat melihat perbesaran dengan resolusi tinggi hingga diatas perbesaran 500 ribu kali. Analisis ini dapat melihat perbesaran sampai kristal ataupun kolom atom suatu molekul sehingga penglihatan perbesaran dapat dilakukan secara tembus gambar. Karakterisasi TEM dapat meningkatkan penggambaran sehingga jika terjadi penumpukan pada perbesaran sampel tetap dapat dilihat ukuran dan bentuknya (Harahap, 2012). Skema alat *Transmission Electron Microscope* disajikan pada gambar 10.



Gambar 10. Skema alat *Transmission Electron Microscope*.

5. Analisis *Band-gap*

Istilah "Band gap" mengacu pada perbedaan energi antara bagian atas pita valensi ke bagian bawah pita konduksi. Elektron dapat melompat dari satu pita ke pita yang lain. Agar elektron dapat melompat dari pita valensi ke pita konduksi, dibutuhkan jumlah energi minimum untuk terjadinya transisi, yang disebut energi *band-gap*. Diagram yang menggambarkan *band-gap* dapat dilihat pada gambar 11.



Gambar 11. Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002).

Pengukuran *band-gap* sangat penting dalam industri nanomaterial dan semikonduktor. Spektrum penyerapan optik telah banyak digunakan sebagai salah satu alat yang paling penting untuk menyelidiki energi *band-gap* (E_g) dan struktur pita semikonduktor. Ada beberapa metode yang bisa digunakan, salah satunya adalah dengan *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS). Pada metode DRS, saat bahan yang terdiri dari banyak partikel, atau nanopartikel diberi cahaya, maka radiasi cahaya akan menembus sampel dan beberapa akan dipantulkan dari permukaannya. Hanya bagian dari radiasi ini yang dikembalikan ke permukaan sampel dan kembali keluar dianggap sebagai pantulan yang terdifusi. DRS adalah metode yang cocok, tidak merusak bahan, dan sederhana. DRS penting terutama dalam analisis material nanokristalin yang berpori (Nowak *et al.*, 2009).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung pada bulan Maret- Desember 2017. Proses Freeze-drying dilakukan di Laboratorium Balai Bioteknologi Pertanian dan Laboratorium Nanoteknologi, Balai Pasca Panen, Bogor. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Politeknik AKA, Bogor. Analisis XRD dan analisis PSA dilakukan di Laboratorium Nanoteknologi, Balai Pasca Panen, Bogor dan Laboratorium Universitas Padjajaran, Bandung. Analisis TEM dilakukan di Laboratorium TEM jurusan Kimia FMIPA UGM. Analisis *band-gap* dengan DRS dilakukan di Laboratorium UI-Chem, Universitas Indonesia. Uji konversi selulosa dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Unila, uji gula pereduksi dengan Spektrofotometri Visible dilakukan di Laboratorium Instrumen, SMK-SMTI Bandar Lampung dan kadar gula alkohol dianalisa dengan KCKT di Laboratorium Politeknik AKA, Bogor.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, pengaduk magnetik, *freeze dryer*, *furnace*, neraca analitik, desikator, lampu UV, reaktor katalitik, spektrofotometer FTIR, difraktometer sinar-X, *Transmission Electron Microscope*, spektrofotometer DRS, alat kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dan alat gelas laboratorium.

Bahan yang digunakan yaitu tongkol jagung, nikel nitrat $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Besi (III) nitrat nonahidrat $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, seng nitrat tetrahidrat $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), pektin, ammoniak, natrium hipoklorit, NaOH 4%, H_2SO_4 50%, reagen DNS, standar glukosa, sorbitol, xylitol dan mannitol.

C. Prosedur Penelitian

1. Sintesis Nanokatalis

Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{0,9}\text{Zn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan dengan cara melarutkan 8 gram pektin dalam 400 ml aquades. Larutan pektin diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu ruang sampai larutan homogen, kemudian diberi amoniak hingga pH menjadi 11. Kedalam larutan tersebut kemudian ditambahkan tetes demi tetes secara perlahan sebanyak 40 mL larutan yang mengandung 2,2267 gr $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 400 mL larutan yang mengandung 6,8716 gram $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dan 120 mL larutan yang mengandung 0,2224 gr $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam aquades menggunakan pengaduk magnetik pada suhu ruang sampai campuran homogen.

Sistem larutan tersebut selanjutnya dipanaskan pada suhu 100°C hingga volume larutan menyusut dan membentuk gel. Gel yang didapatkan di *freeze dry* untuk menghilangkan molekul air sampai terbentuk serbuk kering. Serbuk kering tersebut kemudian dikalsinasi sampai suhu 600°C dengan laju temperatur 10°C/menit. Katalis digerus hingga halus menggunakan mortar *agate*, ditimbang dan dilanjutkan untuk uji karakterisasi katalis. Hal yang sama dilakukan untuk $x=0,2$ dan $x=0,3$.

2. Karakterisasi Katalis

a) Analisis Struktur

Penentuan struktur kristal dilakukan menggunakan difraktometer sinar-X. Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK α (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur (2θ) dalam rentang 20-80°, dengan scan step size 0,02°/menit (Maiti *et al*, 1973). Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar file data yang terdapat dalam program *Match Crystal Impact* dan data standar pada JCPDF. Ukuran partikel dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer.

b) Analisis Morfologi

Penentuan morfologi permukaan katalis dilakukan menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Sampel nanokatalis (± 5 mg) disiapkan dan diletakan pada thin membran foil dan ditutup dengan logam tungsten atau platina. Kemudian sampel di *cutting* oleh *ion beam*. Membran

tipis selanjutnya ditransfer kedalam *carbon-coated TEM grid* menggunakan in-situ atau ex-situ *micromanipulator* untuk melihat pengamatan pada TEM.

c) Analisis Distribusi Ukuran Partikel

Analisis distribusi ukuran partikel katalis dilakukan dengan menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)* dengan pengukuran *wet dispersion unit* menggunakan metanol sebagai pendispersi. Sampel katalis yang diperoleh di masukan ke dalam chamber yang berisi aquades hingga warna indikator pada *control PC* menunjukkan warna hijau pada skala 10-12 secara stabil dan ditunggu beberapa menit selama proses berlangsung.

d) Analisis Keasaman

Menentukan sifat keasaman katalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*. Metode gravimetri dilakukan dengan cara menimbang wadah kosong yang kemudian diisi dengan 0,25 gram serbuk katalis dan dimasukkan ke dalam desikator yang telah divakum dan diisi piridin. Proses ini dibiarkan selama 24 jam dalam desikator. Wadah yang berisi katalis selanjutnya dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam agar basa yang terikat secara adsorpsi fisika terlepas kembali. Wadah selanjutnya ditimbang kembali, dan selisih berat katalis tersebut merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada permukaan katalis.

Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung dengan

$$\text{rumus: } \textit{Keasaman} = \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1) \textit{BM}} \times 1000 \textit{ mmol/g}$$

Dimana W_1 = Berat wadah kosong

W_2 = Berat wadah + cuplikan

W_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin

Serbuk katalis hasil dari metode gravimetri selanjutnya dianalisis dengan FTIR untuk penentuan jenis situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis. Sampel katalis sebanyak 20 mg dicampur dengan 100 mg KBr. Sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi pelet dengan tekanan hidrolik. Sampel kemudian diukur dengan menggunakan FTIR.

e) Analisis Energi *Band-gap*

Analisis band gap dilakukan dengan UV-Vis spektrofotometer yang diintegrasikan untuk dapat mengukur *diffuse reflectance*. Absorpsi diukur pada kisaran panjang gelombang 200-800 nm.

3. Preparasi Nanoselulosa Tongkol Jagung

Tongkol jagung dicuci lalu dihaluskan sampai menjadi butiran yang lebih kecil menggunakan blender. Butiran tongkol jagung selanjutnya dikeringkan. Setelah kering, tongkol jagung dihaluskan kembali menggunakan blender sampai menjadi serbuk dan diayak dengan ukuran 125 mesh.

Tepung tongkol jagung diambil sebanyak 50 g, dimasukkan ke dalam labu bulat. Kedalam labu tersebut ditambahkan larutan NaOH 4% sampai semua bagian tepung berada dalam larutan. Selanjutnya, dilakukan refluks pada suhu 100-120°C selama 2 jam. Campuran kemudian disaring dan dicuci dengan air destilata untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa. Serat hasil pencucian dikeringkan sebelum dilakukan proses *bleaching*.

Proses *bleaching* dilakukan dengan cara 50 gram serat ditambahkan 400 ml larutan 5,25% NaClO kemudian direfluks pada suhu 110-130°C selama 4 jam. Campuran setelah refluks didinginkan sampai suhu kamar, disaring dan dicuci sampai didapatkan padatan putih selulosa.

Nanoselulosa didapatkan dengan cara hidrolisis asam sulfat. 10 gram selulosa dimasukkan ke dalam labu dan ditambahkan 50% H₂SO₄ pada suhu 45°C selama 45 menit. Selulosa yang telah dihidrolisis dicuci dengan cara sentrifugasi (5000 rpm selama 5 menit) untuk menghilangkan kelebihan asam sulfat dan dicuci dengan air destilata sampai pH cairan mendekati 7. Suspensi selulosa nanokristal kemudian dikeringkan dengan cara *freeze-dry* (Zain *et al*, 2014).

4. Analisis Proksimat Selulosa

Analisis komponen lignoselulosa menggunakan metode Chesson dalam Datta (1981). Sampel yang dianalisis adalah tongkol jagung sebelum perlakuan dan nanoselulosa yang telah dipreparasi. Pertama sampel tongkol jagung dikeringkan dengan oven pada suhu 70°C hingga kadar airnya maksimal 5%. Tongkol jagung sebanyak 1 g dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml dan diberi penambahan air

suling sebanyak 150 ml lalu dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* suhu 100°C selama 2 jam. Sampel disaring dengan kertas saring dengan penambahan air suling sampai dengan volume filtrat 300 ml lalu residu dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C sampai dengan berat konstan. Setelah didapat berat konstan, maka didapatlah berat a. Residu (a) dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml lalu ditambahkan H₂SO₄ 1 N sebanyak 150 ml dan dipanaskan dengan *hot plate* suhu 100°C selama 1 jam. Selanjutnya residu disaring, dicuci dengan air suling sampai dengan volume filtrat 300 ml, dan dikeringkan dengan suhu 105°C sampai berat konstan. Maka didapatlah berat b.

Residu (b) dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml dengan penambahan H₂SO₄ 72% sebanyak 10 ml lalu residu (b) direndam dan dibiarkan selama 4 jam pada suhu ruang. Residu (b) diberi penambahan H₂SO₄ 1 N sebanyak 150 ml dan dipanaskan dengan suhu 100°C selama 2 jam. Sampel tersebut disaring dengan penambahan air suling sampai dengan volume filtrat 400 ml dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C sampai berat konstan. Maka didapatlah berat c. Setelah didapat berat c, maka dilakukan pengukuran kadar abu dengan memasukkan residu (c) ke dalam furnace suhu 600 untuk mendapatkan berat d.

Kadar Hemiselulosa dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Hemiselulosa (\%)} = \frac{a-b}{\text{berat sampel}} \times 100$$

Kadar Selulosa dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Selulosa (\%)} = \frac{b-c}{\text{berat sampel}} \times 100$$

Kadar Lignin dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Lignin (\%)} = \frac{c-d}{\text{berat sampel}} \times 100$$

prosedur yang sama dilakukan untuk analisis proksimat nanoselulosa.

5. Karakterisasi Nanoselulosa

a. Analisis Derajat Kristalinitas

Analisis derajat kristalinitas dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar X / *X-ray diffractometer* (XRD). Sampel nanoselulosa dipindai dengan monokromator sumber radiasi Cu-K ($\lambda = 1,5425 \text{ \AA}$) dengan sudut 2θ dari 0° - 70° . Indeks kristalinitas dihitung pada puncak 200 (I_{002} , $2\theta = 22,6^\circ$) dan intensitas minimum diantara puncak 200 dan 110 (I_{am} , $2\theta = 18^\circ$) menggunakan metode Segal (Zain *et al.*, 2014). I_{002} menunjukkan material kristalin, sedangkan I_{am} menunjukkan material amorf.

$$\text{Derajat Kristalinitas CrI (\%)} = [(I_{002} - I_{am}) / I_{002}] \times 100$$

b. Analisis Ukuran Partikel Nanoselulosa

Nanoselulosa tongkol jagung dikarakterisasi dengan menggunakan *Particle Size Analyzer* untuk mengetahui distribusi ukuran partikelnya. Suspensi sampel dalam aquade dimasukkan kedalam *chamber* pada *wet dispersion unit* hingga indikator menunjukkan angka 10-12 (berwarna hijau).

c. Analisis Morfologi Nanoselulosa

Penentuan morfologi permukaan katalis dilakukan menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Sampel nanoselulosa (± 5 mg) disiapkan dan diletakan pada thin membran foil dan ditutup dengan logam tungsten atau platina. Kemudian sampel di *cutting* oleh *ion beam*. Membran tipis selanjutnya ditransfer kedalam *carbon-coated TEM grid* menggunakan *in-situ* atau *ex-situ micromanipulator* untuk melihat pengamatan pada TEM.

6. Uji Katalitik

Katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang dihasilkan pada penelitian ini selanjutnya digunakan dalam proses uji katalitik konversi selulosa menjadi gula alkohol . Sebanyak 0,5 g selulosa dan 100 mL aquades diultrasonik selama 1 jam. Selanjutnya, ditambahkan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebanyak 0,1 g kemudian dilakukan irradiasi dengan sinar UV dan penambahan gas H_2 pada reaktor fotokatalitik. Posisi lampu sinar UV diatur dengan jarak 10-15 cm dari permukaan reaktor dan kekuatan energi lampu UV 125 Watt. Waktu lamanya irradiasi UV divariasikan menjadi 3 yaitu: 30, 60, dan 90 menit. Setelah konversi selesai, sisa nanoselulosa dan katalis disaring untuk menghitung berapa persen nanoselulosa yang terkonversi. Cairan hasil konversi selanjutnya dianalisis adanya gula pereduksi dengan pereaksi fehling dan pereaksi DNS. Analisis gula pereduksi dilakukan dengan instrumentasi Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).

7. Analisis Gula Reduksi Dengan Metode DNS

Sebanyak 0,5 mL sampel hasil uji konversi ditambahkan 1 mL pereaksi asam dinitrosalisilat, dididihkan selama 10 menit pada penangas air dan didinginkan. Setelah dingin serapannya diukur pada panjang gelombang 540 nm. Kadar glukosa yang terbentuk ditentukan dengan menggunakan kurva standar glukosa. Pereaksi asam dinitrosalisilat (Mandels *et al.*, 1976) terdiri dari: asam dinitrosalisilat 1%, fenol 0,2%, Na₂SO₃ 0,05%, NaOH 1%, garam Rochel (NaK-tartrat) 40% 1 mL yang dicampurkan dan ditambahkan aquades sampai volumenya 100 mL.

8. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Hasil uji katalitik dianalisa dengan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) Shimadzu dengan parameter fase gerak air, kolom Shimp-Pack SCR 101 C (7,8 x 250 mm) detektor indeks refraksi, laju air 0,6 mL/menit, dan suhu kolom 80°C (Shimadzu, 2015). Hal ini bertujuan untuk mengetahui kandungan gula alkohol yang terbentuk dari hasil konversi nanoselulosa.

Analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan waktu retensi puncak yang muncul dari sampel dengan puncak gula alkohol standar yang digunakan (glukosa, sorbitol, mannitol dan xylitol). Analisis kuantitatif dilakukan dengan membuat kurva standar hubungan antara luas area dengan konsentrasi deret standar, kemudian memasukkan nilai luas area yang didapat dari sampel kedalam kurva standar tersebut, hingga didapat konsentrasi glukosa dan gula alkohol dalam sampel.

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. SIMPULAN

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

1. Metode sol gel menggunakan pektin sebagai agen pengemulsi dapat menghasilkan katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x = 0.1, 0.2, \text{ dan } 0.3$) dengan ukuran partikel skala nano.
2. Hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan terbentuknya struktur katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan fasa kristalin utama NiFe_2O_4 dan ZnFe_2O_4 .
3. Katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ memperlihatkan pita serapan yang menunjukkan jenis situs asam Lewis dan Brønsted Lowry
4. Nilai energi *band-gap* untuk katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ semakin besar seiring semakin banyak mol Zn yang ditambahkan.
5. Selulosa hasil preparasi dari tongkol jagung didapatkan dengan kadar sebesar 92,2%.
6. Berdasarkan hasil analisis XRD, nanoselulosa yang didapatkan adalah selulosa type I dengan derajat kristalinitas sebesar 66,12%.
7. Nanoselulosa tongkol jagung berbentuk nanofibril selulosa dengan diameter 20-25 nm dan panjang dengan satuan mikrometer.

8. Katalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ memiliki aktivitas katalitik untuk mengkonversi selulosa menjadi glukosa dengan konsentrasi sebesar 0,05-0,10 gram/100 ml larutan.

B. SARAN

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

1. Melakukan uji fotokatalitik dengan menggunakan lampu sinar tampak.
2. Mengoptimalkan aliran gas H_2 pada saat konversi berlangsung, agar hasil dari konversi nanoselulosa lebih optimal.
3. Melakukan analisis hasil konversi dengan metode KCKT menggunakan senyawaan standar lain seperti maltosa, dan gliserol.
4. Melakukan analisis hasil konversi dengan metode KCKT-MS atau kromatografi gas untuk menguji adanya senyawaan lain yang mungkin terbentuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., V.Yudistira, Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. Sintesis nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 1, 33-36.
- Almeida, J. M. A., C. T. Meneses, A. S. de Menezes, R. F. Jardim, and J. M. Sasaki. 2008. Synthesis and Characterization of NiMn₂O₄ Nanoparticles using Gelatin as Organic Precursor. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320, 304 - 307.
- Ayyad, O.D . 2011 . Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure. *Thesis*. Univesitas de Barcelona. Barcelona.
- Ashour, A., A. Amer, A. Marzouk, K. Shimizu, R. Kondo, and S. El-Sharkawy. 2013. Corncob as a potential source of functional chemicals. *Molecules*, 18, 13823-13830.
- Badger, P.C. 2002. Ethanol From Cellulose : A General Review. ASHS Press. Alexandria. 17-21.
- Barbieri, G., C. Barone, A. Bhagat, G. Caruso, Z. R. Conley, and S. Parisi. 2014. *Sweet compounds in foods: sugar alcohols*. In: Springer (ed) The influence of chemistry on new foods and traditional products. Springer International Publishing, Berlin
- Beall, D.S. and L.O. Ingram. 1992. Conversion of hydrolysates of corn cobs and hulls into ethanol by recombinant *Eschericia coli* containing integrated genes for ethanol production. *Biotechnology Letters*, 14(9), 857-862.
- Campanati, M., G. Fornasari, and A. Vaccari. 2003. Fundamentals in the preparation of heterogeneous catalyst. *Catalysis Today*, 77, 299-314.
- Caruel, H., L.Rigal, and A. Gaset. 1991. Carbohydrate separation by ligand-exchange liquid chromatography, correlation between the formation of sugar-cation complexes and the elution order. *Journal of Chromatography*, 558, 89-104.
- Casbeer, E., V.K. Sharma, and X.Z. Li. 2012. Synthesis and photocatalytic activity of ferrites under visible light: A review. *Separation and Purification Technology*, 87, 1-14.

- Chantarasupawong, P., R. Philip, T. Endo, and J. Thomas. 2012. Enhanced Optical Limiting in Nanosized Mixed Zinc Ferrites. *Applied Physics Letters*, 100, 22108 1-4.
- Chavan, S.M., M.K. Babrekar, S.S More, and K.M. Jadhav. 2010. Structural and Optical Properties of Nanocrystalline Ni-Zn Ferrite Thin Films. *Journal of Alloys and Compounds*, 507, 21-25.
- Chen, Y., B. Dong, W. Qin, and D. Xiao. 2010. Xylose And Cellulose Fractionation From Corncob With Three Different Strategies And Separate Fermentation Of Them To Bioethanol. *Bioresource Technology*, 101, 6994-6999
- Chorkendroff, I. and J. W. Niemantsverdriet. 2003. *Concept of Modern Catalysis and Kinetics*. Wiley-VCH GmbH & Co. New York. 2 – 4.
- Costa, A.C.F.M., A.P. Diniz, V.J. Silva, R.H.G.A. Kiminami, D.R. Cornejo, A.M.Gama, M.C. Rezende, and L.Gama. 2009. Influence of calcination temperature on the morphology and magnetic properties of Ni-Zn ferrite applied as an electromagnetic energy absorber. *Journal of Alloys and Compounds*, 483, 503-505.
- Cullity, B. D. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. New Jersey, USA. 84.
- Data Badan Pusat Statistik. 2016. Statistik Tanaman Pangan Indonesia. <https://data.go.id/dataset/tanaman-jagung-per-provinsi>
- Datta, R. 1981. Acidogenic fermentation of lignocellulose-acid yield and conversion of components. *Biotechnology and Bioengineering*, 23(9), 2167-2170.
- Deng, W., X. Tan, W. Fang, Q. Zhang, and Y.Wang. 2009. Conversion of cellulose into sorbitol over carbon nanotube-supported ruthenium catalyst. *Catalysis Letters*, 133, 167-174.
- Deraz, N.M., A. Ahmed, M.M. Abdeltawab, O. Selim, A.A. El-Shafey, El-Asmy, S. Salem, and Al-Deyab. 2013. Precipitation-deposition assisted fabrication and characterization of nano-sized zink manganite. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* , 4, 226.
- Dhepe, P.L. and A. Fukuoka. 2008. Cellulose conversion under heterogeneous catalysis. *Chemistry and Suistanibility*, 1, 969 – 975.
- Ding, L.N., A.Q. Wang, M.Y. Zheng, and T. Zhang. 2010. Selective transformation of cellulose into sorbitol by using a bifunctional nickel phosphide catalyst. *Chemistry and Suistanibility*, 3, 818-821.

- El-Kherbawi, M. A. 2010. Physical and catalytic properties of solids produced from solid-solid interactions between NiO and Fe₂O system doped with Ag₂O₃. *Journal of American Science*, 6(10), 470-478
- Fairus , S., R. Kurniawan, R. Taufana, dan A.S. Nugraha. 2013. Kajian pembuatan xilitol dari tongkol jagung melalui proses fermentasi. *Jurnal Biologi*, 6(2), 91-100.
- Fan, H., G. Li, F. Yang, L. Yang, and S. Zhang. 2011. Photodegradation of cellulose under UV light catalysed by TiO₂. *Journal Chemistry Technology Biotechnology*, 86, 1107-1112.
- Fessenden, R. J. and J. S. Fessenden. 1995. *Kimia Organik Jilid II Edisi Ketiga*. Erlangga. Jakarta. 319 – 337
- Fukuoka, A. and P.L. Dhepe. 2006. Catalytic conversion of cellulose into sugar alcohols. *Angewandte Chemie*, 45, 5161-5163.
- Garrow, J.S. and W.P.T. James .1993. *Human nutrition and dietetics*. 9th ed. Singapore: Longman Singapore. 40–1, 340–1, 570–7
- Ghasemi, A. and M. Mousavina. 2013. Structural and magnetic evaluation of substituted NiZn Fe₂O₄ synthesized by conventional sol-gel method. *Ceramic Internasional*, 40(2), 2825-2834.
- Ghoreishi, S.M. and R.G. Shahrestani. 2009. Innovative strategies for engineering mannitol production. *Trends in Food Science and Technology*, 20, 263-270.
- Gibson, S., P. Gunn, A. Wittekind, and R. Cottrell. 2013. The effect of sucrose on metabolic health: A systematic review of human intervention studies in healthy adults. *Critical Review in Food Science and Nutrition*, 53, 591-614.
- Grembecka, M. 2015. Sugar alcohols-their role in the modern world of sweetener: a review. *European Food Research and Technology*, 241(1), 1-14.
- Hadjikinova, R., N. Petkova., D. Hadjikinov., P. Denev., and D. Hrusanov. 2017. Development and validation of HPLC-RID method for determination of sugar and polyols. *Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 9(8), 1263-1269.
- Hang, Y. and E. Woodams. 1999 Enzymatic production of soluble sugars from corn husks. *LWT-Food Science and Technology*, 32, 208–210.
- Hang, Y. and E. Woodams. 2001. Enzymatic enhancement of citric acid production by *Aspergillus niger* from corn cobs. *LWT-Food Science and Technology*, 42, 484–486.

- Harley, J. H. and S.E. Wiberley. 1954. *Instrumental Analysis*. John Wiley & Son, Inc. New York. 440.
- Harahap, Y. 2012. Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Kitosan dengan Variasi Asam. *Skripsi*. Fakultas Teknik Kimia, Universitas Indonesia. Jakarta.
- Herrmann, J.M. 1999. Heterogeneous photocatalysis: fundamental and applications to the removal of various types of aqueous pollutants. *Catalysis Today*, 55, 155-129.
- Ibhadon, A.O. and P.Fitzpatrick. 2013. Heterogeneous photocatalysis: recent advances and applicatons. *Catalysis*, 3, 189-218.
- Iftimie, N., E. Rezlescu, P.D. Popa, and N. Rezlescu. 2006. Gas sensitivity nanocrystalline nickel ferrite. *Journal of photoelectronics and Advanced Materials*, 8, 1016 - 1018.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya*. Penerbit ITB. Bandung. Indonesia. 8 – 23.
- Jiang, C. 2014. Hydrolytic hydrogenation of cellulose to sugar alcohol by nickel salts. *Cellulose Chemistry and Technology*, 48, 75-78.
- Kaneko, M., R. Saito, H. Ueno, J. Nemoto, and A. Izuoka. 2011. Efficient photocatalytic decomposition of glucose, starch, and cellulose to CO₂ using a mesoporous semiconductor thin film. *Catalytic Letter*, 141, 1199-1206.
- 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.
- Khalil, H.P.S.A., Y. Davoudpour, Md.N. Islam, A. Mustapha, K. Sudesh, R. Dungani, and M. Jawaid. 2014. Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: A review. *Carbohydrate Polymers*, 99, 649-665.
- Kusserow B., S. Schimpf, and P Claus. 2003. Hydrogenation of glucose to sorbitol over nickel and ruthenium catalyst. *Advanced Synthesis and Catalysis*, 345, 289-299.
- Latif, F. and M. I. Rajoka. 2001. Production of ethanol and xylitol from corn cob by yeast. *Bioresources Technology*, 77, 57-63.
- Lee, B.D. and M.K. Park. 2014. Effect and safety of xylitol on middle ear epithelial cell. *The Journal of International Advanced Otology*, 10, 19-24.

- Li, J., X. Wei, Q. Wang, J. Chen, G. Chang, L. Kong, J. Su, and Y. Liu. 2012. Homogenous isolation of nanocellulose from sugarcane baggase by high pressure homogenization. *Carbohydrate Polymer*, 90, 1609-1613.
- Liapis A.I. and R. Bruttini. 1994. A Theory for the primary and secondary drying stages of the freeze-drying of pharmaceutical crystalline and amorphous solutes: comparison between experimental data and theory. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 48, 1675 –1687.
- Licciulli A. and D. Lisi. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Corso di laurea in Ingegneria dei Materiali. Universita Degli Studio Di Lecce. 10.
- Lima, K.G.C., C.M. Takahashi, and A. Alterthum . 2002. Ethanol production from corn cob hydrolysates coli KO11. *Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology*, 29, 124 – 128.
- Liu, R. and H.T. Ou. 2015. Synthesis and application of magnetic photocatalyst of Ni_Zn ferrite/TiO₂ from IC lead frame scraps. *Journal of Nanotechnology*, 2015, 727210, 1-7.
- Livesey, G. 2003. Health potencial of polyols as sugar replacers, with emphasis on low glycaemic properties. *Nutrition Research Reviews*, 16, 163-191
- Luo, C., S. Wang, and H.C. Liu 2007. Cellulose Conversion into Polyols Catalyzed by Reversibly Formed Acids and Supported Ruthenium Clusters in Hot Water. *Angewandte Chemie*, 46, 7636-7639.
- Ma, L., L. Chen, and S. Chen. 2009. Study on the characteristics and activity of Ni–Cu–Zn ferrite for decomposition of CO₂. *Materials Chemistry and Physics*, 114, 692–696.
- Maensiri, S., C. Masingboon, B. Bonocho, and S. Seraphin. 2007. A Simple Route to Synthesize Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) Nanoparticles using Egg White. *Scripta Materialia*, 56, 797 - 800.
- Mahaleh, Y.B.M., S. K. Sadrnezhaad. and D. Hosseini. 2008. NiO Nanoparticles Synthesis by Chemical Precipitation and Effect of Applied Surfactant on Distribution of Particle Size. *Journal of Nanomaterials*, 4705954, 1-4.
- Mahian, R.A. and V.Hakimzadeh. 2016. Sugar alcohol: A review. *International Journal of PharmTech Research*, 9(7), 407-413.
- Mahmoodi, N.M., M. Bashiri, and S.J. Moeen. 2012. Synthesis of nickel-zink ferrite magnetic nanoparticle and dye degradation using photocatalytic ozonation. *Material Research Bulletin*, 47, 4403-4408.
- Mandels, M., R. Andreotti, and C. Roche. 1976. Measurement of Saccarifying cellulase. *Biotechnology Bioengineering*, 6, 21-33.

- Manova, E., T. Tsoncheva, C. Estournes, D. Paneva, K. Tenchev, I. Mitov, L. Petrov. 2005. Nanosized Iron and Iron – Cobalt Spinel Oxides as Catalysts for Methanol Decomposition. *Journal Apcata*, 11, 1- 5.
- Mohanraj, V.J. and Y. Chen. 2006. Nanoparticles-A review. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 5, 561-573.
- Morales, E.A., E. S´anchez Mora, and U. Pal. 2007. Use of Diffuse Reflectance Spectroscopy for Optical Characterization of Un-Supported Nanostructures. *Revista Mexicana de F´ısica S*, 53(5), 18-22.
- Nowak, M., B. Kauch, and P. Szperlich. 2009. Determination of energy band gap of nanocrystalline SbSi using diffuse reflectance spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*, 80, 046107.
- Parizi, M.K., Z.K. Bohlouli, M.K. Parizi, and A.M. Nazeri. 2015. Sugar alcohols efficiency on dental caries incidence: A review article. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 6(3), 1871-1874.
- Parry, E.P. 1963. An infrared study of pyridine adsorbed on acidic solids. Characterization of Surface Acidity. *Journal of Catalysis*, 2, 371-379.
- Patil, R.P., S.D. Delekar, D.R. Mane, and P.P Hankare. 2013. Synthesis, structural and magnetic properties of different metal ion substituted nanocrystalline zink ferrite. *Result in Physics*, 3, 129-133.
- Paveena, L., A. Vittaya, S. Supapan, and M. Santi. 2010. Characterization and magnetic properties of nanocrystalline CuFe_2O_4 , NiFe_2O_4 , $\text{Zn Fe}_2\text{O}_4$ powders prepared by aloe vera extract solution, *Current Applied Physics*, 11, 101-108.
- Perego, C. and P. Villa. 1997. Catalyst preparation method. *Catalysis Today*, 34, 281-305.
- Pinna, F. 1998. Supported Metal Catalyst Preparation. *Catalysis Today*, 41, 129-137.
- Putz, H., J.C. Schön, and M. Jansen. 2001. Combined method for ab initio structure solution from powder diffraction data. *Journal of Applied Crystallography*, 32, 864–870.
- Raghavender, A.T., N. Biliskov, and Z. Skoko. 2011. XRD and IR analysis of nanocrystalline Ni-Zn ferrite synthesized by sol-gel method. *Material Letters*, 65, 677-680.
- Ramankutty, C.G. and S. Sugunan. 2001. Surface Properties and Catalytic Activity of Ferospinel of Nickel, Cobalt, and Coper, Prepared by Soft Chemical Methods. *Applied Catalysis. A: General*, 218, 39-51.

- Ramirez, H., Aracely, and M. Ramirez, 2015. *Photocatalytic Semiconductors*. Springer. Switzerland.
- Reddy, C.V.G., S.V. Manorama, and V.J. Rao. 1999. Semiconducting Gas Sensor for Chlorine Based on Inverse Spinel Nickel Ferrite. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 55, 90 - 95.
- Richardson, T. J. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York and London. 171.
- Rivas, B., J.M. Dominguez, H. Dominguez, and J.C. Parajo. Bioconversion of posthydrolysed autohydrolysis liquors: an alternative for xylitol production from corn cobs. *Enzyme and Microbial Technology*, 31, 431–438.
- Rosita, R. and R. Safitri. 2012. Influence of Fish Feed Containing Corn-Cob Was Fermented By *Trichoderma Sp*, *Aspergillus Sp*, *Rhizopus Oligosporus* To The Rate of Growth of Java Barb (*Puntius Gonionitus*). *APCBEE Procedia*, 2, 148 – 152
- Saha, B.C. 2003. Hemicellulose Bioconversion. *Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology*, 30, 279-291.
- Saha, B.C. 2004. *Lignocellulose Biodegradation and Application in Biotechnology*. ACS Symposium Series. American Chemical Society. Washington, DC. 2-14.
- Sakurai, S., S. Sasaki, M.Okube, H. Ohara, and T. Toyoda. 2008. Cation distribution and valence state in Mn-Zn ferrite examined by synchrotron X-rays. *Physica B*, 403, 3589-3595.
- Schwietzke, S., Y. Kim, E. Ximenes, N. Mosier, and M. Ladisch., 2009. *Ethanol Production from Maize*. A.L. Kriz, B.A. Larkins (eds.), Molecular Genetic Approaches to Maize Improvement Biotechnology in Agriculture and Forestry, Vol. 63. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 347-364.
- Segal, L., J.J Creely, A.E. Martin, and C.M. Conrad. 1959. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, 786-794.
- Shimadzu, 2015. Analysis of sugar alcohol in energy drink by prominence-I with differential refractive-index detector. *Application News*, L481. Shimadzu Corporation.

- Sietsma, J.R.A., J.D. Meeldijk, J.P. de Breejen, M. Verluijs-Helder, A.J. van Dillen, P.E. de Jongh, and K.P. de Jong. The preparation of supported NiO and Co₃O₄ nanoparticles by the nitric oxide controlled thermal decomposition of nitrates. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(24), 4547-4549.
- Silveira, M.M. and R. Jonas. 2002. The biotechnological production of sorbitol. *Applied Microbiology Biotechnology*, 59, 400-408
- Situmeang, R., R. Supriyanto, Sukmawibowo, J. Fitri, and A. Sarah. 2010. Fe_{1-x}Ni_xO_{3±δ} Catalyst For Converting CO₂/H₂ To Alcohols Compounds. *Proceedings of The International Conference on Materials Science and Technology*. Batan, Serpong, Indonesia. October 19-23, 2010 Pp. 173 – 179.
- Skoog, D.A. dan J.J. Leary. 1992. *Principle of Instrument Analysis 4th Ed.* Saunders College Pub.
- Soderlind, F. 2008. *Colloidal Synthesis of Metal Oxides Nanocrystals and Thin Films*. Dissertation. Linkoping, Sweden. Linkoping University.
- Syawala, D.S., T. Wardiyati, and M.D. Maghfoer. 2013. Production of bioethanol from corncob and sugarcane bagasse with hydrolysis process using *Aspergillus niger* and *Trichoderma viride*. *IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology*, 5(4), 49-56.
- Tanabe, K. 1981. *Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology*. John R. Anderson and Michael Boudart (Eds) Vol. 2. Springer-Link. Berlin. 231 - 273.
- Van de Vyver, S., J. Geboer, Dusselier, L. Zhang, T.G. Van, P. Jacobs, and B.F. Sels. 2010. Selective Bifunctional Catalytic Conversion of Cellulose over Reshaped Ni Particles at the Tip of Carbon Nanofibers. *Chemistry and Sustainability*, 3, 698-701.
- Ward, D.A. and E.I Ko. 1995. Preparing catalytic materials by the sol-gel method. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 34, 421-433
- Widegren, J.A. and R.G. Finke. 2003. A review of soluble transition-metal nanocluster as arene hydrogenation catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 191, 187.
- Wu, R.L., X.L Wang, F. Li, H.Z. Li, and Y.Z. Wang. 2009. Green composite films prepared from cellulose, starch, and lignin in room-temperature ionic liquid. *Bioresource Technology*, 100, 2569-2574.

- Zahi, S., A.R. Daud, and M. Hashim. 2007. A comparative study of nickel-zinc ferrites by sol-gel route and solid-state reaction. *Material Chemistry and Physics*, 106, 452-456
- Zain, N.F.M., S.M. Yusop, and I. Ahmad . 2014. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose From Pomelo (*Citrus grandis*) Albedo. *Journal of Nutrition and Food Science*, 5(1), 1-4.
- Zhang, Y.H.P. and L.R. Lynd. 2004. Toward an aggregated understanding of enzymatic hydrolysis of cellulose: Noncomplexed cellulose systems. *Biotechnology and Bioengineering*, 88(7), 797-824.
- Zhang, L. and Y. Wu. 2013. Sol-gel synthesized magnetic $MnFe_2O_4$ spinel ferrite nanoparticles as novel catalyst for oxidative degradation of methyl orange. *Journal of Nanomaterials*, 2013, 640940, 1-6.
- Zhang, J., S. Wu, and Y. Liu. 2014. Direct Conversion of Cellulose into Sorbitol over a Magnetic Catalyst in an extremely Low Concentration Acid System. *Energy Fuels*, 28, 4242-4246.
- Zhang, G., C. Ni, X. Huang, A. Welgamage, L.A. Lawton, P.K.J. Robertson, and J.T.S. Irvine. 2016. Simultaneous cellulose conversion and hydrogen production assisted by cellulose decomposition under UV-light photocatalysis. *Chemical Communications The Royal Society of Chemistry*, 52, 1673-1676.
- Zhou, C.H., X. Xia, C.X. Lin, D.S. Tong, and J. Beltramini . 2011. Catalytic conversion of lignocellulosic biomass to fine chemicals and fuels. *Chemical Society. Reviews*, 40, 5588–5617.
- Zielinski A.F., C. M. Braga, I.M. Demiate, F.L. Beltrame, A.Nogueira, and G. Wosiacki. 2014. Development and optimization of a HPLC-RI method for the determination of major sugars in apple juice and evaluation of the effect of the ripening stage. *Food Science and Technology*, 34(1), 38-43.