

**KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK
(*Musa paradisiaca* L.) MENJADI GLUKOSA MENGGUNAKAN
NANOKATALIS $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV**

(Skripsi)

Oleh
RENALDI ARLENTO



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRACT

CONVERSION OF NANOCELLULOSE OF KEPOK BANANA PEEL (*Musa paradisiaca* L.) INTO GLUCOSE USING NANOCATALYST $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ UNDER UV LIGHT IRRADIATION

By

RENALDI ARLENTO

The aim of study is to convert nanocellulose of kepok banana peel (*Musa paradisiaca* L.) using nanocatalyst $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ under UV light irradiation. Nanocellulose was extracted from the kepok banana peel through the stages of delignification, bleaching, and hydrolysis. Nanocellulose was successfully made with particle size of 20.52 nm and crystalline index of 40.63%. The nanocatalyst $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ was prepared by the sol-gel method using pectin as an emulsifier agent and calcined at 600°C. The characterization of nanocatalyst using XRD showed that the nanocatalyst had dominant crystalline phase of NiFe_2O_4 and CuFe_2O_4 with crystal size of 27.67 nm. FTIR result showed that the nanocatalyst has Brønsted-Lowry and Lewis acid sites with total acid site of 14.222 mmol pyrimidine / gram nanocatalyst. Based on TEM result, the nanocatalyst has the shape of a spinel ferrite cube with particle size of 22.5 nm. DRS analysis showed that band gap energy value of the nanocatalyst is 1.628 eV. The conversion results nanocellulose $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ as catalyst under UV light irradiation were carried out with variable conversion time 30, 60, 90, 120, and 150 minutes. The percentages of converted nanocellulose were 22, 16, 18, 12, and 26% respectively. The glucose concentrations from the conversion of nanocellulose kepok banana peel with each conversion time were 30.97; 33.73; 68.08; 30.00 and 40.40 ppm.

Keywords: Nanocellulose, nanocatalyst, glucose, kepok banana peel, UV light.

ABSTRAK

KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK (*Musa paradisiaca* L.) MENJADI GLUKOSA MENGGUNAKAN NANOKATALIS $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV

Oleh

RENALDI ARLENTO

Telah dilakukan konversi nanoselulosa dari kulit pisang kepok (*Musa paradisiaca* L.) menjadi glukosa menggunakan katalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ di bawah irradiasi sinar UV. Nanoselulosa diekstraksi dari kulit pisang kepok melalui tahap delignifikasi, pemutihan (*bleaching*), dan hidrolisis. Nanoselulosa yang berhasil dibuat memiliki ukuran partikel 20,52 nm dengan indeks kristalin sebesar 40,63%. Nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dipreparasi dengan metode sol-gel menggunakan pektin sebagai agen pengemulsi dan dikalsinasi pada temperatur 600°C. Hasil karakterisasi nanokatalis menggunakan XRD menunjukkan bahwa nanokatalis memiliki fasa kristalin dominan NiFe_2O_4 dan CuFe_2O_4 dengan ukuran kristal 27,67 nm. Hasil FTIR menunjukkan bahwa nanokatalis memiliki situs asam Brønsted-Lowry dan Lewis dengan jumlah situs asam sebesar 14,222 mmol pirimidin/gram nanokatalis. Berdasarkan hasil TEM, nanokatalis memiliki bentuk kubus *spinel ferrit* dengan ukuran partikel sebesar 22,5 nm. Hasil DRS menunjukkan nilai energi *band gap* dari nanokatalis sebesar 1,628 eV. Hasil konversi nanoselulosa kulit pisang kepok menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ di bawah irradiasi sinar UV dilakukan dengan variabel waktu konversi, yaitu 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Persentase nanoselulosa terkonversi masing-masing didapatkan sebesar 22, 16, 18, 12, dan 26%. Konsentrasi glukosa dari hasil konversi nanoselulosa kulit pisang kepok dengan waktu konversi masing-masing adalah 30,97; 33,73; 68,08; 30,00 dan 40,40 ppm.

Kata Kunci : Nanoselulosa, nanokatalis, glukosa, kulit pisang kepok, sinar UV.

**KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK
(*Musa paradisiaca* L.) MENJADI GLUKOSA MENGGUNAKAN
NANOKATALIS $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV**

Oleh
RENALDI ARLENTO

Skripsi

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

Pada
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

Judul Skripsi : **KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK (*Musa paradisiaca L.*) MENJADI GLUKOSA MENGGUNAKAN NANOKATALIS $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV**

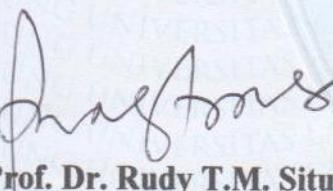
Nama Mahasiswa : **Renaldi Arlento**

No. Pokok Mahasiswa : **1417011088**

Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**




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


Dr. Ilim, M.S.
NIP 19650525 199003 2 002

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

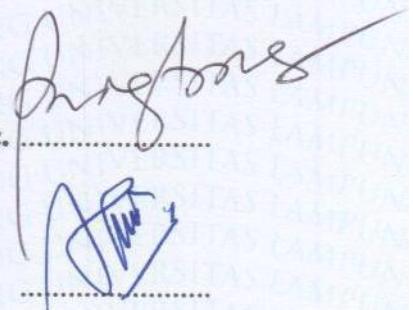

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Pengaji

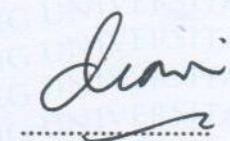
Ketua

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



Sekretaris

: Dr. Ilim, M.S.



Pengaji

Bukan Pembimbing : Dr. Dian Herasari, M.Si.

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **30 Agustus 2019**

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Renaldi Arlento
NPM : 1417011088
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi dengan judul **“Konversi Nanoselulosa dari Limbah Kulit Pisang Kepok (*Musa paradisiaca* L.) Menjadi Glukosa Menggunakan Nanokatalis $Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe_2O_4$ di Bawah Irradiasi Sinar UV”** adalah karya saya sendiri dan mengenai karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain dituliskan berdasarkan kaidah penulisan karya ilmiah yang berlaku.

Apabila dikemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 20 September 2019
Pembuat Pernyataan,



Renaldi Arlento
NPM. 1417011088

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bandar Lampung, pada tanggal 20 Maret 1996 sebagai anak ketiga dari tiga bersaudara, putra dari Bapak Ir. Kus Hendarto, M.S. dan Ibu Ir. Nining Agustiningsih.

Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar (SD) Al - Kautsar pada tahun 2008, Sekolah Menengah Pertama (SMP) Al - Kautsar Bandar Lampung pada tahun 2011, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 9 Bandar Lampung pada tahun 2014. Tahun 2014, Penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Pada tahun 2017, penulis telah melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 40 hari di Desa Sukamaju, Kecamatan Ulu Belu, Kabupaten Tanggamus. Pengalaman organisasi penulis dimulai sebagai Kader Muda Himpunan Mahasiswa Kimia (KAMI) FMIPA Unila. Selanjutnya, penulis aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Unila periode 2015-2016 sebagai anggota Biro Usaha Mandiri (BUM), periode 2016-2017 sebagai anggota Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi (KPO).

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Puji Syukur Atas Kehadirat Allah SWT yang Maha Pengasih
dan Maha Penyayang*

*Kupersembahkan karya sederhanaku ini sebagai wujud
sayang, bakti dan tanggung jawab kepada:*

*Kedua Orangtuaku, Bapak Ir. Kus Hendarto, M.S. dan Ibu
Ir. Nining Agustiningsih, yang telah merawatku dengan
penuh kasih sayang, yang selalu memberikan do'a-do'a
terbaik, nasihat, dukungan serta senantiasa berkorban
untukku*

*Kakak-kakakku yang selalu memberi motivasi, dukungan, dan
do'a*

*Para Ibu dan Bapak dosen yang selama ini telah memberikan
banyak ilmu pengetahuan, pelajaran, arahan, serta
bimbingannya kepadaku*

*Sahabat dan teman-teman, yang selalu menemani, memberikan
semangat, dan berjuang bersama selama ini hingga karya ini
selesai*

Dan Almamater Tercinta

MOTTO

*Sebab hidup terlalu singkat untuk membiarkan orang lain
menentukan apa yang membuat kita bahagia*

- Ernest Prakasa

Ilmu itu ada 3 tahapan :

Jika seseorang memasuki tahap pertama, dia akan sombang.

Jika dia memasuki tahapan kedua maka dia akan rendah hati.

Jika dia memasuki tahapan ketiga maka dia akan merasa bahwa
dirinya tidak ada apa-apanya. -Umar Bin Khattab

“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan”

QS Al-Insyirah : 5

Tak masalah terlihat lemah di depan teman, tapi tak boleh
terlihat lemah di depan lawan

~Vasko~

Break The Limit
-Gusion-

“Jadilah seperti Padi, semakin berisi, semakin merunduk”

Never Underestimate

-Renaldi Arlento

SANWACANA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “**Konversi Nanoselulosa dari Limbah Kulit Pisang Kepok (Musa paradisiaca L.) Menjadi Glukosa Menggunakan Nanokatalis Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe₂O₄ di Bawah Irradiasi Sinar UV**” yang merupakan salah satu syarat untuk untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak mungkin terselesaikan tanpa adanya bimbingan, dorongan, nasihat serta bantuan dari berbagai pihak.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terimaka kasih kepada:

1. Teruntuk kedua orang tuaku Bapak Ir. Kus Hendarto, M.S. dan Ibu Ir. Nining Agustiningsih yang telah membesar, merawat, mendidik, memotivasi, mendukung, dan mendoakan Penulis dengan sabar dan penuh kasih sayang. Serta Kakak-Kakak dan Keponakanku, Dhani Novarlento, Arlenti Pusparani, Sigit Catur Rohadi, Asyraf D. Novarlento, Ezhar Arsy K., dan Enzio Arsy A.
2. Bapak Drs. Suratman, M. Sc. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
3. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila.

4. Bapak Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc. selaku pembimbing utama penelitian yang telah banyak memberikan bimbingan, bantuan, saran dan kritik, serta motivasi kepada penulis hingga tersusunnya skripsi ini.
5. Ibu Dr. Ilim, M.S. selaku pembimbing kedua penilitian atas ketersediaannya memberikan bimbingan, saran, dan kritik dalam proses penyelesaian skripsi ini.
6. Ibu Dr. Dian Herasari, M.Si. selaku pembahas penelitian atas ketersediaannya memberikan koreksi, saran, dan kritik yang membantu dalam penyelesaian skripsi ini.
7. Ibu Prof. Dr. Tati Suhartati, M.S. selaku Pembimbing Akademik (PA) yang telah memberikan bimbingan, motivasi dan arahan selama masa kuliah.
8. Seluruh staf pengajar Jurusan Kimia FMIPA Unila atas ilmu pengetahuan selama proses pendidikan serta seluruh staf administrasi, laboran, dan pramubakti Jurusan Kimia dan FMIPA Unila.
9. Teruntuk “Rica Aulia” terima kasih atas semangat, dukungan, nasihat, doa, canda tawa dan tempat bertukar pikiran serta setia menemani Penulis dalam mengurus perkuliahan dan berkas-berkas yang diperlukan.
10. Partner penelitianku: Erwin, Lilian, Matthew, Meli, Viggi, Ilhan, dan Sola terima kasih untuk kerja sama, dan kebersamaannya selama melakukan penelitian serta dukungannya sehingga semuanya dapat berjalan dengan lancar sampai akhir. Untuk kakak-kakak sebimbingan terima kasih untuk bimbingan, bantuan, dan saran serta dukungan untuk penulis. Dan untuk adik –adik sebimbingan, terima kasih untuk dukungan dan kerja sama kalian.

11. “ChemBoys” : Teguh, Ilham, Michael, Vigi, Angga, Andre, Nando, Mattew, Lutfi, Asrul, Firza, Fikri, Hapid, Dira, Dicky, Bayu, Fendi, Agung, Yusuf, Ganjar, dan Hamidin. Terima kasih untuk kebersamaan, dukungan, bantuan, canda dan tawa, dan semoga tali persaudaraan kita tetap terjalin. Amin.
12. Teman seperjuangan maba : Fergina, Hesty, Dinda, Anna, Daus yang telah memberikan motivasi, dukungan dan nasihat. Terima kasih telah menorehkan cerita dan kenangan-kenangan berharga bersama-sama.
13. Teman-teman Peer Group Kimia Fisik: Erwin, Ganjar, Ilhan, Matthew, Michael, Meli, Viggi, Herliana, Khasandra, Mahlian, Lilian, Sola, dan Tika, terima kasih untuk kebersamaan, dukungan, dan semangatnya. Semoga persaudaraan dan kekompakkan kita selalu terjaga dan sukses untuk kita semua.
14. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2014, terima kasih untuk kebersamaan, doa, dan dukungan dari kalian semua selama menjalani perkuliahan di Universitas Lampung ini. Semoga terus terjalin hubungan kekeluargaan yang baik dan sukses untuk kita semua. Amin.
15. Teman-teman “GERUP” Noven, Rizal, Bintang, Aisyah, Hasty, Lolita dan Namut yang selalu memberikan semangat, bantuan, dan keceriaan terhadap penulis.
16. Teman-Teman “Suku Sebangke” Ricky, Raden, Tambah, Jordan, Tania, Caca dan Bimo yang masih setia memberikan semangat, kebersamaan dan dukungan sejak dahulu.

17. Teman-Teman “Roller Rooster” Hardman, Alan, Novaldi, dan Giovani atas kebersamaan, keceriaan dan perjalanan dalam mengembangkan bakat bersama-sama.
18. Semua pihak yang telah membantu dan mendoakan penulis secara tulus dalam proses penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari apabila dalam skripsi ini masih terdapat kekurangan, oleh karena itu penulis memohon maaf atas kekurangan tersebut dan berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi siapapun yang membaca, khususnya rekan-rekan mahasiswa kimia.

Bandar Lampung, 20 September 2019

Renaldi Arlento

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI.....	i
DAFTAR GAMBAR.....	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR LAMPIRAN	vi
 I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian	5
C. Manfaat Penelitian	6
 II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Selulosa	7
B. Nanoselulosa	8
C. Glukosa.....	9
D. Kulit Pisang Kepok	10
E. Katalis	11
F. Nanokatalis	12
G. Reaksi Fotokatalitik	13
H. Spinel Ferrit	13
I. Metode Preparasi Katalis	14
1. Metode Sol-Gel	14
2. Pengeringan Beku (<i>Freeze Drying</i>)	16
3. Kalsinasi	16

J. Karakterisasi Nanokatalis	17
1. Analisis Struktur Katalis.....	17
2. Analisis Keasaman.....	18
3. Penentuan Morfologi Kristalis Katalis.....	21
4. <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	22

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian	23
B. Alat dan Bahan	23
C. Prosedur Kerja	24
1. Pembuatan Nanokatalis	24
2. Ekstraksi Selulosa Kulit Pisang	25
3. Pembuatan Nanoselulosa	26
4. Karakterisasi Nanoselulosa dan Nanokatalis	26
5. Uji Aktivitas Katalitik Katalis.....	28

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pembuatan Nanokatalis $Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe_2O_4$	31
B. Karakterisasi Nanokatalis $Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe_2O_4$	34
1. Analisis Struktur Nanokatalis	34
2. Analisis Keasaman Nanokatalis.....	37
3. Analisis Morfologi Nanokatalis Menggunakan TEM.....	40
4. Analisis Energi <i>Band Gap</i>	42
C. Pembuatan Nanoselulosa	45
D. Uji Aktivitas Katalitik Katalis	48
1. Konversi Nanoselulosa Menjadi Glukosa	48
2. Analisis Kualitatif Hasil Konversi Nanoselulosa	52
3. Analisis Kuantitatif Hasil Konversi Nanoselulosa	52

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	56
B. Saran.....	57

DAFTAR PUSTAKA	58
-----------------------------	----

LAMPIRAN	65
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur selulosa (Zamora, 2011)	8
2. Struktur glukosa	10
3. Skema alat XRD.....	18
4. Rancangan reaktor konversi.....	29
5. Skema penelitian	30
6. Padatan serbuk prekursor setelah proses <i>freeze dry</i>	32
7. Profil suhu kalsinasi	33
8. Nanokatalis setelah dikalsinasi dan digerus dengan mortar <i>agate</i>	34
9. Difraktogram nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$	35
10. Spektrum IR nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$	38
11. Reaksi antara piridin dengan nanokatalis pada situs asam Bronsted-Lowry	39
12. Reaksi antara piridin dengan logam penyusun nanokatalis pada situs asam-Lewis	40
13. Mikrograf hasil analisis TEM katalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada skala 20 dan 50nm.....	41
14. Spektrum absorban terhadap panjang gelombang (a) dan spektrum reflektan terhadap panjang gelombang (b).....	42
15. Nilai energi <i>band-gap</i> nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$	44

16. Nanoselulosa yang diperoleh setelah proses <i>freeze drying</i>	46
17. Difaktogram XRD nanoselulosa (a) kulit pisang (kristalin) dan (b) kulit pisang (amorf)	47
18. Spektra FTIR (a) nanoselulosa (b) nanoselulosa dan nanokatalis sebelum dikonversi dan (c) nanoselulosa dan nanokatalis setelah konversi	50
19. Hasil uji kualitatif terbentuknya gula pereduksi menggunakan reagen Fehling dari tiap variasi waktu konversi sampel.....	52
20. Larutan hasil uji kuantitatif dari sampel pada variasi waktu konversi 30, 60, 90, 120, dan 150 menit	53
21. Kurva standar glukosa.....	54
22. Kurva regresi linear perhitungan <i>band-gap</i> nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$	70

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan.....	36
2. Puncak-puncak representatif difraktogram nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$	36
3. Persentase hasil konversi nanoselulosa pada beberapa variasi waktu .	49
4. Konsentrasi glukosa hasil konversi	55
5. Data puncak-puncak representatif hasil karakterisasi XRD.....	66
6. Contoh data perhitungan hasil analisis DRS	69

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Perhitungan ukuran kristal nanokatalis	66
2. Perhitungan hasil analisis keasaman dengan metode gravimetri	68
3. Perhitungan energi <i>band-gap</i>	69
4. Perhitungan indeks kristalinitas nanoselulosa.....	71
5. Perhitungan ukuran partikel nanoselulosa.....	73
6. Perhitungan persentase nanoselulosa terkonversi	74
7. Perhitungan kadar glukosa dengan metode DNS	75

1. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Saat ini biomassa telah banyak menarik perhatian para peneliti. Hal ini dikarenakan sifatnya yang ramah terhadap lingkungan dan dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi terbarukan (*renewable*). Biomassa dapat dihasilkan dari bahan organik atau hasil pembuangan limbah yang telah diambil produk primernya dan umumnya memiliki nilai ekonomis rendah. Keberadaan biomassa di Indonesia sangatlah berlimpah, salah satu bahan biomassa yang sering dimanfaatkan ialah selulosa.

Selulosa dapat diperoleh dari kayu, bambu, serat daun, sekam padi, kulit buah coklat, pisang dan tandan kosong kelapa sawit. Salah satu potensi yang ada di provinsi Lampung yaitu pisang. Produksi pisang Provinsi Lampung sebesar 697.140 ton pada tahun 2011 dengan luas areal tanaman pisang 6,7 juta Ha serta pertumbuhan luas panen sebesar 6,3 % per tahunnya (Dinas Pertanian Tanaman Pangan dan Holtikultura, 2012). Selama ini pengolahan hasil tanaman pisang hanya berkonsentrasi pada pengolahan buah pisang saja dan belum memperhatikan pemanfaatan hasil limbah seperti batang pisang, tandan buah dan kulit pisang. Sebagai sumber biomassa, kulit pisang mengandung air dan

karbohidrat yang relatif tinggi yaitu 18,50 %. Limbah kulit pisang kepok mengandung monosakarida terutama glukosa sebesar 8,16 % dari jumlah karbohidrat (Setiawati dkk, 2013).

Selulosa yang kurang dimanfaatkan karena tidak dapat dicerna oleh manusia, dapat diolah menjadi produk bermanfaat melalui proses konversi selulosa menjadi gula pereduksi seperti glukosa, fruktosa, galaktosa dan lainnya (Hansen *et al.*, 2006). Beberapa penelitian mengenai konversi selulosa dilakukan dengan metode hidrolisis asam (Zamora *et al.*, 2010), dan enzimatis (Zhang and Lynd, 2004). Pada penelitian Anggraeni, dkk (2013) menjelaskan bahwa konversi selulosa menggunakan katalis arang aktif tersulfonasi dengan kondisi optimum yaitu pada suhu hidrolisis 160°C dan waktu hidrolisis 120 menit menghasilkan kadar glukosa sebesar 15,81%. Sedangkan pada penelitian Naufala dan Ellina (2015), konversi selulosa dengan hidrolisis menggunakan enzim selulase dengan bantuan mikroorganisme *T. viride* dan *A. niger* menghasilkan gula pereduksi sebesar 23,33% setelah inkubasi selama 72 jam.

Pada penelitian ini, konversi selulosa dilakukan menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan bantuan sinar UV. Pemilihan material untuk proses fotokatalitik ini juga mempunyai peranan penting dalam reaksi fotokatalis tersebut. Material fotokatalis yang digunakan adalah material nano semikonduktor. Nanostruktur semikonduktor tersusun teratur dan mempunyai dimensi yang sangat kecil telah dibuktikan sangat potensial untuk meningkatkan sifat fotokatalis. Dengan adanya partikel nano dalam material fotokatalis maka material fotokatalis tersebut akan mempunyai luas permukaan interaksi yang

tinggi. Semakin banyak partikel yang berinteraksi akan membuat kinerja dari material fotokatalis tersebut semakin baik. Selain itu, penggunaan fotokatalis semikonduktor menjanjikan potensi pemanfaatan energi matahari. Degradasi fotokatalis, kini menarik perhatian karena sifatnya yang sederhana, efisiensi, murah, dan sedikit menghasilkan limbah (Al-Kahtani, 2017).

Pengembangan fotokatalis diharapkan dapat memberikan masa depan yang baik dalam dunia saintis dan teknologi. Seperti pada penelitian ini yang menggunakan $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebagai katalis untuk proses konversi selulosa menjadi glukosa. Katalis dari spinel ferrit ini merupakan salah satu katalis heterogen yang bersifat fotokatalis dengan kelebihannya, yaitu bersifat ramah lingkungan, sederhana, stabil secara kimia, memiliki nilai *band gap* yang kecil ($\leq 2,0$ eV), dan biaya sintesisnya murah (Fu *et al.*, 2012). Dari berbagai ferrit, NiFe_2O_4 menarik perhatian sebagai fotokatalis yang menjanjikan dengan nilai *band gap* sebesar 1,75 eV yang dapat memanfaatkan energi cahaya tampak (Kim *et al.*, 2014). Kelompok riset Inggris mengkonversi selulosa dalam bentuk nano yang ditempelkan pada TiO_2 dan TiO_2 (Pt), disuspensi dalam air bebas ion dan diaerasi serta reaksi berlangsung 6 jam untuk 1 siklus dan proses berlangsung hingga 7 siklus serta iradiasi sinar UV berasal dari lampu Fe-halida. Konversi selulosa tersebut memberikan hasil bahan bakar hidrogen sebesar 90% (Zhang *et al.*, 2016). Penambahan Cu yang merupakan logam transisi yang murah, dapat dijadikan sebagai tambahan untuk meningkatkan sifat fotokatalitik nikel ferrit. Pada proses degradasi tetrasiklin, penambahan Cu di bawah radiasi sinar tampak dapat meningkatkan sifat fotokatalitik dengan peningkatan laju fotodegradasi sebesar 3,74 kali (Hong *et al.*, 2015).

Pada penelitian ini selulosa dan katalis diubah menjadi nanoselulosa. Perubahan ukuran ini dapat meningkatkan produk hasil konversi. Material berukuran nano memiliki rentang ukuran partikel 1-100 nm. Nanomaterial memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan dengan katalis dikarenakan luas permukaannya yang lebih besar pada volume yang sama dan rasio atom yang tersebar secara merata dibandingkan dengan katalis homogen dan katalis heterogen. 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).

Metode sol-gel digunakan pada penelitian ini sebagai metode untuk mensintesis nanopartikel karena metode ini cukup sederhana dan mudah. Selain itu untuk proses sintesis katalis heterogen, penggunaan metode ini dapat menghasilkan produk dengan kemurnian dan homogenitas komposisi yang tinggi karena prosesnya yang dapat dikontrol, sehingga katalis yang diperoleh dapat memiliki untuk kerja yang konsisten.

Berdasarkan uraian di atas, maka akan dilakukan penelitian mengenai konversi nanoselulosa menjadi glukosa menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebagai katalis dengan metode iradiasi sinar UV dan variasi waktu 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Penelitian dilakukan dalam beberapa tahapan yaitu preparasi nanoselulosa dari limbah kulit pisang kepok, preparasi nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan metode sol-gel menggunakan pengemulsi pektin, dan uji aktivitas katalitik dari nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Nanoselulosa yang diperoleh dianalisis struktur kristalnya menggunakan difraksi sinar-X (XRD).

Sedangkan nanokatalis dikarakterisasi menggunakan metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui jumlah dan jenis situs asam yang terdapat pada katalis *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa kristalin, *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui besar energi *band gap* suatu sampel padat, *Tansmission Electron Microscopy* (TEM) untuk menentukan morfologi katalis. Kemudian dilakukan uji aktivitas melalui konversi nanoselulosa dengan bantuan gas hidrogen dengan memanfaatkan energi sinar UV yang diharapkan mampu menghasilkan glukosa dengan rendemen tinggi.

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Membuat selulosa berukuran nano dari kulit pisang kepok (*Musa paradisiaca* L.)
2. Mengetahui aktivitas nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan iradiasi sinar ultraviolet (UV) dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi glukosa
3. Mengetahui jumlah glukosa yang dikonversi nanoselulosa dari kulit pisang kepok (*Musa paradisiaca* L.)
4. Mengetahui waktu optimal iradiasi sinar ultraviolet dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi glukosa

C. Manfaat Penelitian

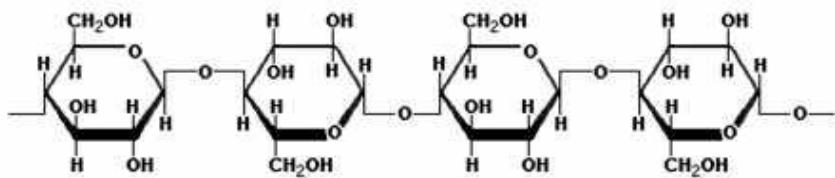
Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan informasi mengenai kemampuan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk konversi nanoselulosa menjadi glukosa
2. Memberikan informasi terkait efektivitas penggunaan sinar UV dalam proses konversi nanoselulosa menjadi glukosa
3. Mendapatkan hasil glukosa dari limbah kulit pisang kepok (*Musa paradisiaca* L.)

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Selulosa

Selulosa merupakan polimer glukosa dengan ikatan β -1,4 glukosida dalam rantai lurus. Selulosa mengandung sekitar 50-90% bagian berkristal dan sisanya bagian amorf (Aziz *et al.*, 2002). Selulosa hampir tidak pernah ditemui dalam keadaan murni di alam, melainkan selalu berikatan dengan bahan lain seperti lignin dan hemiselulosa. Molekul selulosa merupakan mikrofibril dari glukosa yang terikat satu dengan lainnya membentuk rantai polimer yang sangat panjang. Adanya lignin serta hemiselulosa di sekeliling selulosa merupakan hambatan utama untuk menghidrolisis selulosa (Sjostrom, 1995). Selulosa merupakan polisakarida struktural yang berfungsi untuk memberikan perlindungan, bentuk, dan penyangga terhadap sel, dan jaringan (Judoamidjojo dkk, 1989; Fessenden dan Fessenden, 1982). Rumus empiris selulosa adalah $(C_6H_{10}O_5)_n$ dengan n adalah jumlah satuan glukosa yang berikatan atau derajat polimerisasi dari selulosa. Selulosa murni memiliki derajat polimerisasi sekitar 14.000, namun dengan pemurnian biasanya akan berkurang menjadi sekitar 2.500 (Nevell *et al.*, 1985). Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur selulosa (Zamora, 2011).

Selulosa dapat dihidrolisis menjadi gula reduksi (glukosa, fruktosa, selobiosa) dengan menggunakan media air dan dibantu dengan katalis asam atau enzim (Huber *et al.*, 2006), depolimerisasi dalam cairan ionik (Rinaldi *et al.*, 2010), dan pirolisis suhu tinggi dengan atau tanpa katalis (Carlson *et al.*, 2008). Hasil hidrolisis selulosa dapat dikonversi menjadi berbagai produk seperti, gula alkohol (sorbitol, manitol, xylitol) dan glukosa anhidrat (Hansen *et al.*, 2006).

B. Nanoselulosa

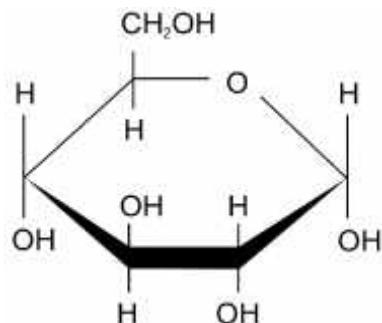
Nanoselulosa merupakan selulosa yang memiliki ukuran diameter dalam nanometer (2–20 nm) dan panjangnya antara ratusan sampai ribuan nanometer, termasuk nanokomposit yang ringan dan memiliki kekuatan besar dengan biaya yang cukup rendah dan banyak digunakan sebagai *filler* penguat pada berbagai polimer antara lain polietilen, karet alam dan polipropilen, aditif untuk pembawa obat (Ioelovich, 2012). Penelitian tentang nanoselulosa telah banyak dilakukan dengan berbagai metode. Salah satu metode yang telah dilakukan oleh Mandal and Chakrabarty (2011) yaitu sintesis dari α -selulosa yang terdiri dari empat tahap yaitu hidrolisis asam menggunakan asam kuat, sentrifuse, ultrasonikasi dan freeze drying. Menurut Peng *et al.* (2011), asam sulfat sering digunakan dalam produksi nanoselulosa, namun dispersabilitas dari nanoselulosa yang diperoleh dari jenis

asam ini berbeda dengan jenis asam lainnya, karena kelimpahan dari gugus sulfat pada permukaan, nanoselulosa yang diperoleh dari hidrolisis menggunakan asam sulfat dapat terdispersi dengan mudah di dalam air dibanding dengan menggunakan asam kuat lainnya. Proses hidrolisis asam bertujuan untuk menghilangkan bagian amorf dari rantai selulosa sehingga isolasi kristal selulosa dapat dilakukan (Isdin, 2010). Namun, pembuatan nanoselulosa tanpa menggunakan zat asam berbahaya seperti HCl dan H₂SO₄ telah dikembangkan saat ini dengan memakai urea dan NaOH (Shankar and Jong-Whan, 2016).

C. Glukosa

Glukosa merupakan suatu aldoheksosa, disebut juga dekstrosa karena memutar bidang polarisasi ke kanan. Glukosa merupakan komponen utama gula darah, menyusun 0,065- 0,11% darah kita. Glukosa dapat terbentuk dari hidrolisis pati, glikogen, dan maltosa. Glukosa sangat penting bagi kita karena sel tubuh kita menggunakan langsung untuk menghasilkan energi. Glukosa dapat dioksidasi oleh zat pengoksidasi lembut seperti pereaksi Tollens sehingga sering disebut sebagai gula pereduksi (Budiman, 2009). Gula pereduksi merupakan golongan gula (karbohidrat) yang mempunyai kemampuan untuk mereduksi senyawa-senyawa penerima elektron. Hal ini dikarenakan adanya gugus aldehid atau keton bebas dalam molekul karbohidrat. Sifat ini tampak pada reaksi reduksi ion-ion logam misalnya ion Cu⁺⁺ dan ion Ag⁺ yang terdapat pada pereaksi-pereaksi tertentu. Sifat pereduksi dari suatu gula ditentukan oleh ada tidaknya gugus hidroksil bebas yang reaktif. Prinsip analisanya berdasarkan pada monosakarida

yang memiliki kemampuan untuk mereduksi suatu senyawa. Adanya polimerisasi monosakarida mempengaruhi sifat mereduksinya.



Gambar 2. Struktur glukosa

D. Kulit pisang kepok

Bagian yang dapat di makan dari buah pisang adalah dua per tiga bagian dan sepertiga bagian sisanya merupakan limbah pisang. Angka tersebut merupakan jumlah limbah yang cukup banyak yang dapat mencemari lingkungan apabila tidak ditangani dengan cepat. Selain mengandung air, kulit pisang juga mengandung karbohidrat yang relatif tinggi yaitu 18,50 % (Setiawati dkk, 2013). Limbah kulit pisang kepok memiliki kandungan selulosa yang tinggi (60-65 %), hemiselulosa 6-8 %, dan lignin 5-10 % (Tjahyono, 1998). Limbah kulit pisang kepok mengandung monosakarida terutama glukosa sebesar 8,16 %. Limbah kulit pisang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan bioetanol melalui proses fermentasi (Setiawati dkk, 2013).

E. Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang dapat mempercepat reaksi kimia dan tidak akan mengubah nilai tetapan keseimbangan. Menurut teori kecepatan reaksi absolut, peranan katalis adalah menurunkan energi bebas pengaktifan. Beberapa katalis melakukannya dengan membentuk pereaksi untuk mencapai kompleks teraktifkan yang sama dengan bila tanpa adanya katalis, namun kebanyakan katalis tampaknya memberikan suatu mekanisme yang berbeda, yang mengikatnya secara sementara dan berenergi bebas rendah (Arakawa, 2001). Katalis menyediakan situs-situs aktif yang berperan dalam proses reaksi. Situs aktif ini dapat berasal dari logam-logam yang terdeposit pada pengembang atau dapat pula berasal dari pengembang itu sendiri. Logam-logam tersebut umumnya adalah logam-logam transisi yang menyediakan orbital d kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Tanabe, 1981).

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

memiliki efisiensi yang tinggi, tidak korosif, dapat dipisahkan dari campuran reaksi, dan dapat digunakan secara berulang (Frenzer and Maier, 2006). Oleh karena itu dalam penelitian ini digunakan katalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebagai katalis heterogen.

F. Nanokatalis

Nanokatalis merupakan nanopartikel yang memiliki peran sebagaimana mestinya katalis yaitu mempercepat suatu reaksi tanpa ikut serta dalam hasil reaksi. Keunggulan nanokatalis adalah memiliki aktivitas yang lebih baik sebagai katalis karena material nanokatalis memiliki permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya. Sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003). Banyak metode yang telah dikembangkan untuk sintesis nanokatalis. Berbagai metode dari pembuatan nanokatalis spinel ferite seperti *ball milling*, koopresipitasi (Zi *et al.*, 2009), metode hidrotermal (Zhao *et al.*, 2009), *Polymeric precursor* (Gharagozlou, 2009), dan metode sol-gel (Naeem *et al.*, 2009). Dari beberapa metode sintesis tersebut, dalam penelitian ini digunakan metode sol-gel untuk mendapatkan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Metode sol-gel ini dipilih karena secara luas telah digunakan dalam sintesis katalis berpendukung logam. Selain itu metode ini memiliki banyak keunggulan seperti dispersi yang tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis, tekstur porinya memberikan kemudahan difusi dari reaktan untuk masuk ke dalam situs aktif

(Lecloux and Pirard, 1998), luas permukaan yang cukup tinggi, peningkatan stabilitas termal, serta kemudahannya dalam memasukkan satu atau dua logam aktif sekaligus dalam prekursor katalis (Lambert and Gonzalez, 1998).

G. Reaksi fotokatalitik

Reaksi fotokatalitik adalah reaksi yang berlangsung karena pengaruh cahaya dan katalis secara bersama-sama. Katalis ini mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan teresksitasinya, atau foto produk utamanya, yang bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut. Secara umum, fotokatalitik dibagi menjadi dua jenis, yaitu fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah reaksi fotokatalitik dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan teknologi yang didasarkan pada iradiasi sinar UV pada semikonduktor (Qodri, 2011). Aktivitas fotokatalis bergantung pada kemampuan katalis untuk menghasilkan sepasang lubang elektron pada pita valensinya. Lubang ini kemudian akan berfungsi sebagai tempat terjadinya oksidasi. Keberadaan lubang elektron tersebut akan mempercepat proses transfer elektron yang terjadi. Dengan demikian, keberadaan dari pasangan lubang elektron akan mempercepat reaksi redoks (Putera, 2008).

H. Spinel ferrit

Spinel ferite adalah salah satu bentuk struktur katalis yang memiliki rumus

umum AB_2O_4 dimana A adalah kation-kation bervalensi 2 seperti Fe, Ni, Mo dan lain-lain, yang menempati posisi tetrahedral dalam struktur kristalnya dan B adalah kation-kation bervalensi 3 seperti Fe, Mn, Cr dan lain-lain, yang menempati posisi oktahedral dalam struktur kristalnya, serta terdistribusi pada lattice *fcc* yang terbentuk oleh ion O_2^- (Kasapoglu *et al.*, 2007).

Terdapat tiga bentuk distribusi kation-kation dalam struktur spinel, yaitu keadaan normal, keadaan terbalik (*inverse*) dan keadaan antara normal dan terbalik. Pada keadaan normal ion-ion logam bervalensi 2 akan terletak pada posisi tetrahedral atau dapat dituliskan $(M^{2+})A[M^{3+}]BO_4$, pada keadaan terbalik (*inverse*) ion-ion logam bervalensi 2 akan terletak pada posisi oktahedral atau dapat dituliskan $(M^{3+})A[M^{2+}M^{3+}]BO_4$ dan keadaan antara normal dan terbalik, setengah dari ion-ion logam bervalensi 2 dan 3 akan menempati posisi tetrahedral dan oktahedral atau dapat dituliskan $(M^{2+}M^{3+})A[M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}]BO_4$ (Manova *et al.*, 2005).

Salah satu spinel ferite yang telah banyak digunakan sebagai katalis adalah nikel ferite ($NiFe_2O_4$). Nikel ferite ini memiliki struktur spinel terbalik (*inverse*) yang mana setengah dari ion Fe mengisi pada posisi tetrahedral (posisi A) dan sisanya menempati posisi pada oktahedral (posisi B) hal ini dapat dituliskan dengan rumus $(Fe^{3+}1.0)[Ni^{2+}1.0Fe^{3+}1.0]O^{2-}4$ (Kasapoglu *et al.*, 2007).

I. Metode Preparasi Katalis

1. Metode Sol Gel

Sol adalah suspensi dari partikel koloid pada suatu cairan atau larutan molekul polimer seperti partikel halus dari senyawa hidroksida atau senyawa oksida logam

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

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

Keuntungan dari metode sol gel yaitu :

1. Dispersi tinggi dari spesi aktif yang tersebar secara homogen pada permukaan katalis.
2. Tekstur pori yang dihasilkan memberikan kemudahan untuk berdifusi dari reaktan menuju ke situs aktif.
3. Luas permukaan tinggi.
4. Peningkatan stabilitas termal (Lecloux and Pirard, 1998; Lambert and Gonzalez, 1998). Metode sol gel sendiri meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan.

2. Pengeringan Beku (*Freeze Drying*)

Pengeringan beku (*freeze drying*) adalah salah satu metode pengeringan yang mempunyai keunggulan dalam mempertahankan mutu hasil pengeringan, khususnya untuk produk-produk yang sensitif terhadap panas. Dalam katalis, metode ini digunakan untuk menghilangkan air hidrat dalam rongga bahan katalis tanpa merusak struktur jaringan bahan tersebut (Labconco, 1996). Keuntungan menggunakan metode *freezer dry* yaitu hasilnya homogen, murni, dengan ukuran partikel dapat diproduksi kembali serta memiliki aktivitas yang seragam (Bermejo *et al.*, 1995).

3. Kalsinasi

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

Peristiwa yang terjadi pada proses kalsinasi yaitu:

1. Dekomposisi komponen prekursor pada pembentukan spesi oksida. Proses pertama terjadi pelepasan air bebas (H_2O) dan terikat (OH) yang berlangsung pada suhu diantara $100^{\circ}C$ dan $300^{\circ}C$.
2. Pelepasan gas CO_2 berlangsung pada suhu sekitar $600^{\circ}C$, akan terjadi pengurangan berat secara berarti dan terjadi reaksi antara oksida yang terbentuk dengan penyangga.
3. Sintering komponen prekursor. Pada proses ini struktur kristal sudah

terbentuk namun ikatan di antara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (Pinna, 1998).

J. Karakterisasi Nanokatalis

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

1. Analisis Struktur Katalis

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

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots \quad (1)$$

Keterangan :

D = diameter rata-rata partikel (nm)

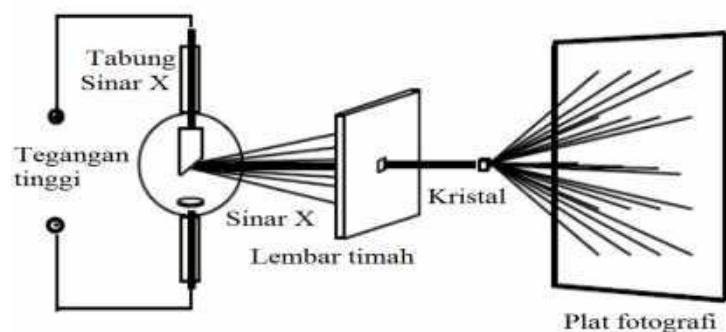
k = konstanta dari instrumen yang digunakan

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

β = pelebaran puncak (radian)

θ = sudut Bragg (radian)

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan dan sebagian lagi dihamburkan serta didifraksikan. Pola difraksi yang dihasilkan analog dengan pola difraksi cahaya pada permukaan air yang menghasilkan sekelompok pembiasan. Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Skema alat XRD

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

2. Analisis Keasaman

Analisis keasaman katalis dilakukan untuk mengetahui jumlah situs asam dan jenis situs asam. Jumlah situs asam dapat ditentukan melalui metode gravimetri

melalui adsorpsi basa adsorbat dalam fasa gas pada permukaan katalis (ASTM, 2003). Jenis situs asam yang terikat pada katalis dapat ditentukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR) dari katalis yang telah mengadsorpsi basa adsorbat (Seddigi, 2003).

a. Metode Gravimetri

Keasaman dari suatu katalis adalah jumlah asam, kekuatan asam, serta sisi aktif katalis yang ditinjau dari gugus asam Bronsted-Lowry dan asam Lewis. Jumlah situs asam akan memberikan informasi mengenai banyaknya situs asam yang terkandung pada katalis. Situs asam katalis dapat ditentukan berdasarkan kekuatan asam Lewis, sebagai akseptor pasangan elektron dan asam Bronsted-Lowry, sebagai donor proton (Burch *et al.*, 2002). Basa yang dapat digunakan sebagai adsorbat adalah amoniak, piridin, piperidin, quinolin, trimetilamin, dan pirol (Richardson, 1989). Penentuan jumlah situs asam menggunakan piridin sebagai basa adsorbat merupakan penentuan jumlah situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, dengan asumsi bahwa ukuran molekul piridin yang relatif besar sehingga hanya dapat teradsorpsi pada permukaan katalis (Rodiansono *et al.*, 2007). Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Keasaman} = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1)BM} \times 1000 \text{ mmol/gram} \dots \dots \dots (2)$$

Keterangan :

w₁= Berat wadah

w_2 = Berat wadah + sampel

w_3 = Berat wadah + sampel yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Berat molekul piridin

b. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

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

Hal yang perlu diperhatikan dalam menginterpretasi kurva serapan inframerah adalah bilangan gelombang, bentuk kurva serapan (sempit tajam atau melebar) dan intensitas serapan (kuat, sedang, atau lemah). Dimana hubungan antara persen absorbansi dengan frekuensi dapat menghasilkan sebuah spektrum inframerah (Kosela, 2010). Berdasarkan puncak-puncak serapan yang dihasilkan maka jenis situs asam dapat diketahui. Pada penggunaan piridin sebagai basa adsorbat, situs asam Bronsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1485–1500, ~1620, dan ~1640 cm⁻¹, sedangkan untuk situs asam Lewis ditandai dengan puncak-puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1447-1460, 1488-1503, ~1580, dan 1600-1633 cm⁻¹ (Tanabe, 1981).

3. Penentuan Morfologi Kristalin Katalis

TEM adalah mikroskop elektron yang bekerja dengan cara mendeteksi berkas elektron yang menembus sampel dan menggambarkan ke layar. Berbeda dengan SEM yang hanya memindai permukaan sampel, TEM mampu menganalisa semua bagian sampel dan merekam pola difraksi struktur sampel. Pola difraksi berisi informasi tentang susunan atom kristal. TEM memiliki resolusi yang sangat tinggi sampai 0,1 nm. Analisis TEM dapat melihat perbesaran dengan resolusi tinggi hingga diatas perbesaran 500000 kali. Analisis ini dapat melihat perbesaran sampai kristal ataupun kolom atom suatu molekul sehingga penglihatan perbesaran dapat dilakukan secara tembus gambar. Karakterisasi TEM dapat meningkatkan penggambaran sehingga jika terjadi penumpukan pada perbesaran sampel tetap dapat dilihat ukuran dan bentuknya (Harahap, 2012).

Prinsip kerja TEM sama seperti proyektor slide dimana elektron ditransmisikan ke dalam obyek pengamatan dan hasilnya diamati melalui layar. Mekanisme kerja dari TEM yaitu pistol elektron berupa lampu tungsten dihubungkan dengan sumber tegangan tinggi (100–300 kV) ditransmisikan pada sampel yang tipis, pistol akan memancarkan elektron secara termionik maupun emisi medan magnet ke sistem vakum. Interaksi antara elektron dengan medan magnet menyebabkan elektron bergerak sesuai aturan tangan kanan, sehingga memungkinkan elektromagnet untuk memanipulasi berkas elektron. Penggunaan medan magnet akan membentuk sebuah lensa magnetik dengan kekuatan fokus variabel yang baik. Selain itu, medan elektrostatik dapat menyebabkan elektron didefleksikan melalui sudut yang konstan. Dua pasang defleksi yang berlawanan arah dengan

intermediet *gap* akan membentuk arah elektron yang menuju lensa yang selanjutnya dapat diamati melalui layar pospor.

4. *Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*

Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) merupakan metode yang digunakan untuk dapat mengetahui besar energi *band gap* suatu sampel padat. Energi *band gap* merupakan besar energi yang diperlukan untuk memindahkan elektron dari pita valensi ke pita kondutansi dan menjadi salah satu informasi yang diperlukan apakah suatu bahan dapat dijadikan sebagai fotokatalis atau tidak. Suatu bahan dapat berfungsi sebagai katalis jika diluminasi dengan foton yang memiliki energi yang setara atau lebih dari energi *band gap* ($h\nu \geq E_g$) bahan yang dianalisis. Induksi oleh sinar tersebut akan menyebabkan terjadinya eksitasi elektron (dari pita valensi ke pita konduksi) dalam bahan semikonduktor (Richardson, 1989)

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian akan dilakukan dari Bulan November 2018 sampai dengan Bulan Juni 2019. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik- Fisik FMIPA Universitas Lampung. Analisis struktur kristal (XRD) dan analisis situs asam (FTIR) dilakukan di Laboratorium Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong. Analisis morfologi katalis (TEM) dilakukan di Laboratorium Anorganik, UGM. Analisis *band gap* DRS dilakukan di Laboratorium FMIPA UI.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah; peralatan gelas laboratorium, *sentrifuge*, *blender*, termometer, neraca analitik, *heating magnetic stirrer*, desikator, *freeze-dryer*, mortar *agate*, ultrasonikasi, *furnace*, oven, lampu UV, FTIR, DRS , TEM, danXRD.

Bahan-bahan yang akan digunakan adalah; limbah kulit pisang kepok (*Musa paradisiaca* L.), NaOH, NaClO₂, akuabides, buffer asetat, HNO₃, Cu(NO₃)₂.3H₂O (Merck, 99%), Fe(NO₃)₃.9H₂O (Merck, 99%), Ni(NO₃)₂.6H₂O (Merck, 99%),

pektin, NH₃ (Merck, 99%), piridin, selulosa (Merck, 99%) , gas Hidrogen (BOC 99,99%), dan akuades.

C. Prosedur Kerja

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yaitu; preparasi nanoselulosa dari limbah kulit pisang kepok, pembuatan katalis dan karakterisasi katalis, serta uji aktivitas fotokatalis.

1. Pembuatan Nanokatalis Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe₂O₄

Nanokatalis Ni_{0,45}Cu_{0,25}Fe₂O₄ dibuat dengan melarutkan 8 gram pektin dalam 400 mL akuades menggunakan *heat magnetic stirrer* pada suhu kamar selama ± 2 jam sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian larutan amoniak pekat ditambahkan pada larutan pektin sebanyak 50 mL hingga pH larutan menjadi basa. Selanjutnya dimasukkan secara bersamaan dan perlahan larutan nikel nitrat 1,104 gram dalam 99,23 mL akuades, larutan tembaga nitrat 1,1211 gram dalam 100,76 mL akuades dan larutan feri nitrat 6,827 dalam 400 mL akuades sambil diaduk hingga terbentuk larutan yang homogen. Campuran logam, amoniak dan pektin tersebut dipanaskan pada temperatur 80°C sampai terbentuk gel. Gel yang terbentuk dikeringkan selama 24 jam dengan *freeze dyer* untuk menghilangkan kandungan air yang ada tanpa merusak jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut. Selanjutnya serbuk yang didapatkan digerus sampai halus dan dikalsinasi pada suhu 600 °C, dengan suhu awal kalsinasi 30 °C kemudian suhu dinaikkan 2 °C/ menit sampai 120 °C dan ditahan selama 2 jam, kemudian

dinaikkan lagi hingga suhu 350 °C dan ditahan selama 2 jam, dan dinaikkan kembali menjadi 600 °C dan ditahan selama 2 jam. Setelah dicapai suhu maksimal, pemanasan dihentikan dan didiamkan sampai mencapai suhu kamar. Proses kalsinasi ini berlangsung selama 11 jam. Setelah itu bubuk katalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang diperoleh digerus sampai halus dengan mortar *agate* kemudian ditimbang (Djayasinga and Situmeang, 2016).

2. Ekstraksi Selulosa Kulit Pisang

Langkah pertama kulit pisang kepok dicuci hingga bersih. Kemudian kulit pisang kepok yang sudah bersih itu dipotong-potong. Lalu kulit pisang kepok diblender dalam akuades, disaring, dan padatan dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 48 jam. Kemudian dihaluskan kembali menggunakan *dry-blender* dan diayak hingga ukuran mikron tertentu. Selanjutnya sebanyak 50 gram bubuk yang dihasilkan dimasukkan ke dalam labu bundar, ditambahkan larutan NaOH 4%, dan direfluks pada suhu 100-120 °C selama 2 jam. Kemudian hasil refluks disaring dan dicuci dengan akuades beberapa kali untuk memisahkan lignin dan hemiselulosa. Setelah itu, dilakukan proses *bleaching* dengan cara memasukkan 60 gram bubuk selulosa ke dalam labu undar dan ditambahkan 400 mL larutan NaClO_2 1,7%, buffer asetat dan akuades, lalu direfluks pada suhu 110-130 °C selama 4 jam. Selanjutnya, didinginkan dan dicuci dengan akuades hingga diperoleh padatan putih selulosa. Selulosa yang didapat dikeringkan menggunakan *freeze-dryer* pada suhu -39 °C selama 24 jam (Zain *et al.*, 2014).

3. Pembuatan Nanoselulosa

Nanoselulosa kulit pisang kepok dibuat dengan cara memasukkan 10 gram sampel selulosa ke dalam labu bundar 1L, ditambahkan 200 mL larutan HNO_3 50%, disonikasi selama 25 jam, dan direfluks selama 45 menit dengan suhu 60 °C sambil diaduk. Selanjutnya ditambahkan 200 ml akuabides dan didinginkan. Kemudian disentrifus selama 15 menit dengan kecepatan 3500 rpm dan dilakukan pencucian hingga pH cairan mendekati 7. Lalu, suspense koloid diultrasonikasi selama 60 menit dalam *ice-bath* dan dihilangkan pelarut yang tersisa dengan *freeze-dryer*. Nanoselulosa yang didapat disimpan pada suhu 4 °C sebelum digunakan (Zain *et al.*, 2014).

4. Karakterisasi Nanoselulosa dan Nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

a. Analisis Struktur Kristal Nanoselulosa dan Nanokatalis Menggunakan XRD

Struktur kristal nanoselulosa dan nanokatalis dianalisis menggunakan instrumentasi XRD. Sejumlah sampel diletakkan di dalam wadah sampel, kemudian berkas sinar-X ditembakkan ke sampel dengan menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$ (1,5410 Å) dan tabung sinar-X yang dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur membentuk sudut difraksi (2) dalam rentang 10-80° dengan *step size* 0,02°/ menit sebagai dasar pembentuk grafik difraktogram. Kemudian puncak-puncak yang didapat dari difraktogram diidentifikasi dengan metode *Search Match* menggunakan data standar *Crystallography Open Database (COD)-Inorg* REV 189751 2017.01.03 yang terdapat dalam program *Match!* dan digunakan data standar

dari JCPDF dalam PCPDF win 1997 dengan meengambil 3-4 puncak dengan intensitas tertinggi. Sedangkan ukuran partikel dihitung menggunakan Persamaan Scherrer (Persamaan 1).

b. Analisis Keasaman

Analisis keasaman dilakukan menggunakan dua metode yaitu metode gravimetri untuk menentukan jumlah situs asam dan dengan menggunakan instrumentasi FTIR untuk menentukan jenis situs asamnya. Penentuan jumlah situs asam pada material menggunakan metode gravimetri dilakukan melalui proses kemisorpsi basa piridin. Proses ini dilakukan dengan memasukkan sebanyak 0,25 gr material ke dalam wadah dan di letakkan ke dalam desikator bersama basa piridin selama 24 jam. Kemudian sampel dikeluarkan dan dibiarkan selama 2 jam di tempat terbuka. Selanjutnya, ditimbang dan ditentukan keasamannya dengan menggunakan Persamaan 2. Serbuk nanokatalis hasil analisis gravimetri kemudian dianalisis jenis situs asamnya menggunakan FTIR. Sejumlah sampel dicampur dengan KBr dan kemudian dibentuk pellet dalam tekanan hidrolik, dan dianalisis menggunakan FTIR.

c. Analisis Struktur dan Ukuran Butiran Nanokatalis Menggunakan TEM

Analisis struktur dan ukuran butir molekul dilakukan dengan menyediakan sampel dengan ukuran 20 μm . Selanjutnya sampel ditembak dengan ion Argon sampai berlubang dan berkas yang menembus sampel akan dibaca oleh detektor kemudian data diolah menjadi gambar.

d. Analisis Energi Band-Gap Nanokatalis Menggunakan DRS

Spektrum DRS UV-vis direkam menggunakan spektrofotometer Shimadzu UV-3600 yang diintegrasikan dengan tabung dengan diameter 15 cm. BaSO₄ digunakan sebagai referensi. Semua sampel yang telah mengandung BaSO₄ (1:50) digunakan untuk perhitungan (Tatarchuk *et al.*, 2017). Sampel yang digunakan untuk pengukuran berupa bubuk dengan ukuran dibawah 100 mesh.

5. Uji Aktivitas Katalitik Katalis

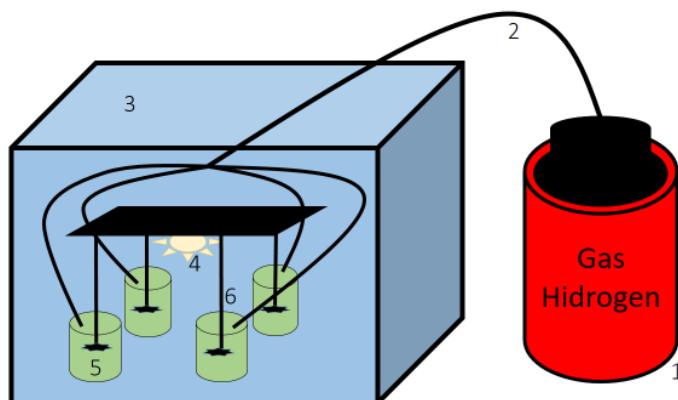
a. Konversi Nanoselulosa Menjadi Glukosa

Uji aktivitas katalitik nanokatalis Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe₂O₄ dilakukan pada proses konversi nanoselulosa menjadi glukosa. Sebanyak 0,5 gram nanoselulosa dilarutkan dalam 100 mL akuades dan ditambahkan 0,1 gram nanokatalis Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe₂O₄. Kemudian dialirkan gas hidrogen dengan laju 10mL/menit. Lalu diirradiasi dengan lampu sinar UV, dimana posisi lampu sinar UV memiliki jarak 10-15 cm ke permukaan reaktor (Manurung *et al.*, 2015). Kekuatan energi lampu UV yang digunakan sebesar 75 W. Variabel waktu lamanya proses iradiasi sinar UV pada konversi nanoselulosa yaitu 30 , 60 , 90 , 120 dan 150 menit. Rangkaian alat untuk uji katalitik dengan iradiasi sinar UV ditunjukkan pada Gambar 4.

b. Analisis Hasil Konversi Nanoselulosa

Hasil konversi nanoselulosa yang telah diperoleh kemudian dianalisis untuk mengetahui kandungan glukosa yang terkandung dalam larutan hasil

konversi. Pada uji kualitatif, larutan hasil konversi nanoselulosa dianalisis menggunakan reagen Fehling untuk melihat adanya gula reduksi yang terbentuk. Pada uji kuantitatif, sampel diuji menggunakan reagen DNS (*3,5 dinitrosalicylic acid*) dengan cara mencampurkan 1 mL larutan sampel dengan 1 mL reagen DNS. Campuran keduanya kemudian dipanaskan menggunakan penangas air selama 10 menit untuk melihat perubahan warna campuran dan ditentukan kadar glukosa yang terbentuk menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm.

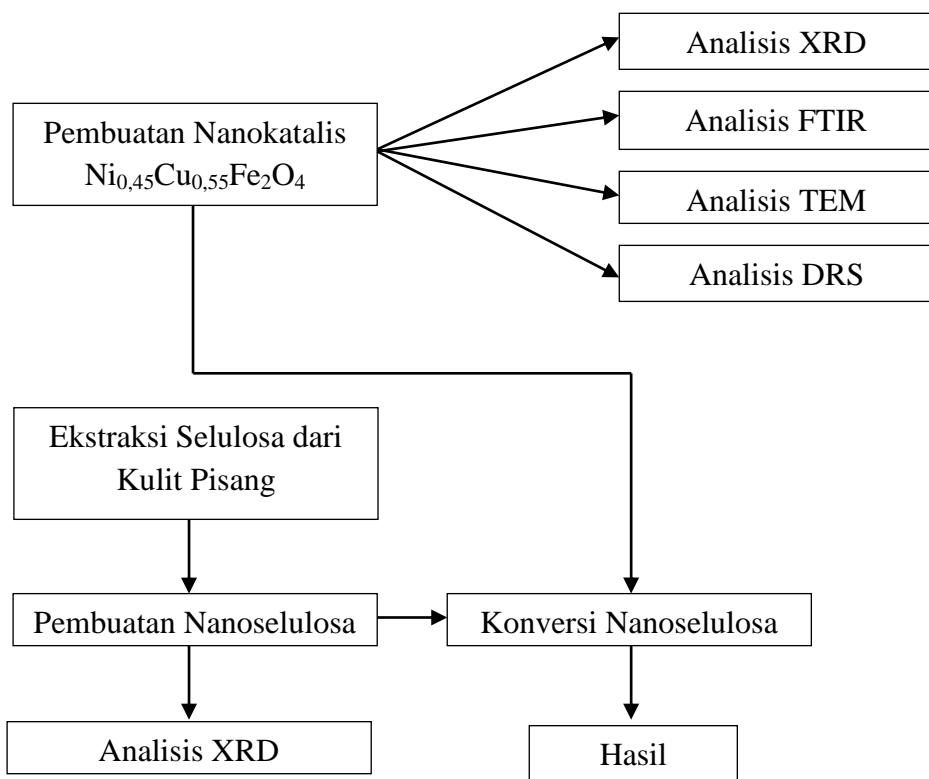


Gambar 4. Rancangan reaktor konversi.

Keterangan :

1. Tabung gas H₂
2. Selang penghantar gas H₂
3. Ruang gelap
4. Lampu UV
5. Wadah berisisi larutan selulosa dan nanofotokatalis
6. Pengaduk

SKEMA PENELITIAN



Gambar 5. Skema Penelitian

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam bab ini dibahas hasil penelitian mengenai uji aktivitas nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk konversi nanoselulosa menjadi glukosa dengan metode irradiasi sinar UV, yang meliputi pembuatan dan karakterisasi nanokatalis, pembuatan dan karakterisasi nanoselulosa, serta analisis hasil konversi.

A. Pembuatan Nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

Preparasi nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ diawali dari pembuatan larutan pektin sebagai pengemulsi dimana 8 gram serbuk pektin dilarutkan ke dalam 400 mL akuades dan diaduk sampai homogen menggunakan *heat magnetic stirrer*. Sesudah larutan pektin menjadi homogen, ditambahkan 50 mL amoniak yang berfungsi untuk menjaga pH larutan pektin berada dalam keadaan basa (pH 11), sehingga menghindari terbentuknya gumpalan gel saat proses penambahan larutan garam dari logam. Kemudian ke dalam larutan tersebut ditambahkan secara perlahan dan bersamaan tetes demi tetes larutan nikel nitrat (1,104 gram $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 99,23 mL akuades), ferri nitrat (6,827 gram $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam 400 mL akuades), dan tembaga nitrat (1,1211 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dalam

100,76 mL akuades) sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang sampai diperoleh larutan homogen.

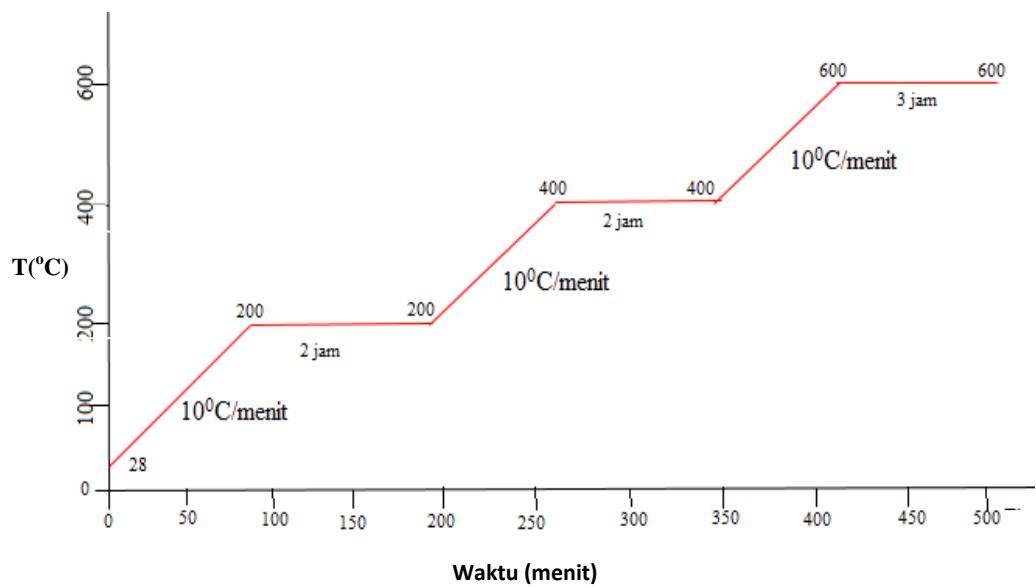
Larutan yang telah homogen, dipanaskan pada suhu 80°C dengan pemanas sambil diaduk agar kation-kation dapat terdistribusi secara merata dalam larutan pektin hingga volume larutan berkurang dan terbentuk sol-gel berwarna coklat pekat.

Saat proses pemanasan berlangsung, prekursor logam-logam nitrat akan terhidrolisis secara perlahan membentuk sol. Sol yang terbentuk kemudian akan terkondensasi dimana ion-ion logam Fe, Ni, dan Cu tersebut saling berinteraksi dan berikatan dengan gugus fungsi molekul pektin membentuk jaringan tiga dimensi yang ditandai dengan terbentuknya gel (Leclouxand Pirard, 1998). Gel berwarna cokelat pekat yang telah terbentuk kemudian dikeringkan menggunakan *freeze dryer* selama 24 jam. Metode *freeze dry* dilakukan dalam proses pengeringan yang sesuai dengan bahan sampel karena diproses pada pemanasan ringan, kemudian dihasilkan serbuk prekursor yang berpori sehingga tidak merusak bahan atau senyawa dan terjaga kualitasnya serta aman (Anna dkk, 2013). Hasil pengeringan sampel dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Padatan serbuk prekursor setelah proses *freeze dry*

Hasil pengeringan gel ini kemudian dikalsinasi pada suhu 600°C selama 11 jam. Pada proses kalsinasi digunakan profil suhu seperti ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Profil suhu kalsinasi

Kalsinasi dilakukan secara bertahap bertujuan agar fasa kristalin yang terbentuk sesuai dengan yang diinginkan, karena kenaikan suhu yang sangat cepat dapat menyebabkan perubahan sifat mekanik yang tidak stabil dan bahan menjadi amorf sehingga pembentukan fasa kristalin tidak tercapai (Pinna, 1998). Tahap pertama kalsinasi yaitu sampai pada temperatur 200°C dan ditahan selama 2 jam dengan proses yang terjadi berupa pelepasan kandungan air dari material karena adanya pemanasan. Tahap kedua yang terjadi pada temperatur 400 °C yang ditahan selama 2 jam menyebabkan lepasnya senyawa nitrat menjadi gas NO₂ dan O₂ karena pada suhu ini senyawa yang mengandung nitrogen telah terdekomposisi (Duguet, 2000). Selanjutnya pada tahap ketiga terjadi perubahan pada bahan yaitu menjadi padatan kristalin pada temperatur 600 °C yang ditahan selama 3 jam. Padatan hasil kalsinasi berupa serbuk berwarna coklat. Nanokatalis hasil kalsinasi ini digerus dengan mortar agate untuk menghasilkan bubuk nanokatalis yang lebih halus, seperti ditunjukkan pada Gambar 8. Berat nanokatalis yang

diperoleh yaitu 1,1 gram. Berdasarkan hitungan teoritis, seharusnya sebanyak 2 gram, perolehan serbuk yang hanya 55 % disebabkan masih ada gel yang tersisa pada saat pemindahan wadah untuk *freeze drying* dan kalsinasi.

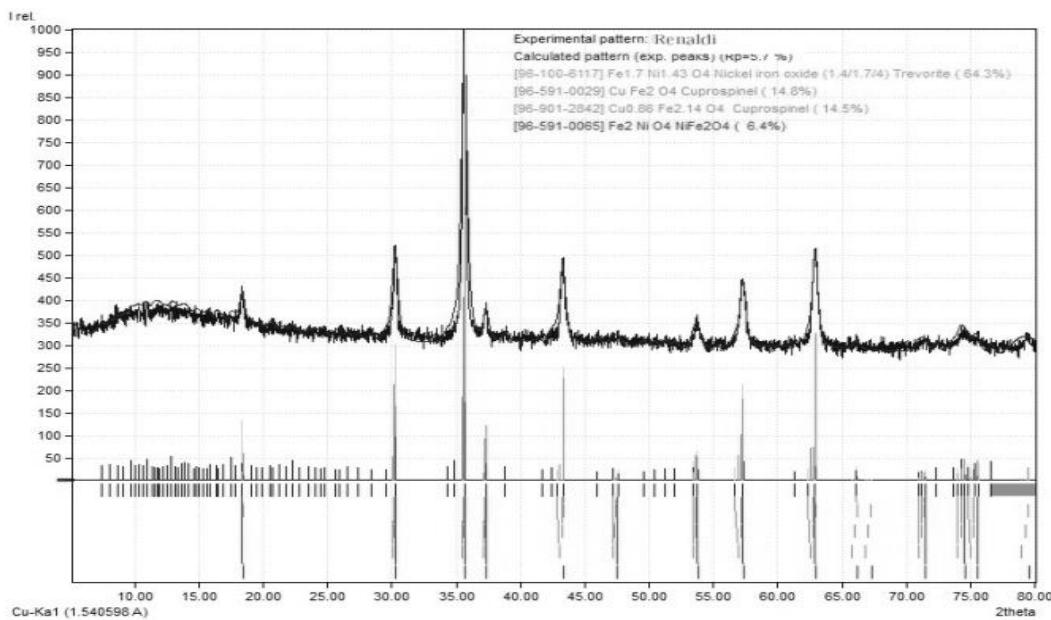


Gambar 8. Nanokatalis setelah dikalsinasi dan digerus dengan mortar *agate*

B. Karakterisasi Nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

1. Analisis Struktur Nanokatalis

Analisis struktur kristal dilakukan dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terbentuk pada material katalis yang disintesis (Maiti *et al.*, 1973). Sebagai acuan digunakan difraktogram yang diterbitkan JCPDF dalam PCPDFwin 1997 dengan mengambil 3 - 4 puncak dengan intensitas tertinggi (Cullity, 1978). Hasil dari analisis ini ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Difraktogram nanokatalis $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

Nanokatalis yang disintesis dapat dikatakan terbentuk dan sesuai dengan acuan apabila hasil menunjukkan bahwa nanokatalis memiliki selisih jarak antar bidang sampel terhadap acuan besarnya tidak lebih 0,01 (Cullity and Stock, 2014). Adapun puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram dibandingkan dengan data standar puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan ditunjukkan pada Tabel 1. Hasil pencocokan menunjukkan bahwa nanokatalis memiliki fasa kristalin yaitu NiFe_2O_4 dan CuFe_2O_4 yang saling tumpangsuh

Tabel 1. Puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan

Fasa Kristalin	$2\theta(^{\circ})$	Intensitas relatif (%)	Jarak antar bidang (\AA)
	35,35	100,00	2,513
NiFe₂O₄	30,17	52,87	2,948
(96-591-0065)	57,23	24,56	1,605
	37,45	21,42	2,407
	36,57	100,00	2,523
CuFe₂O₄	62,80	38,54	2,958
(96-591-0029)	57,19	22,58	1,630
	30,20	51,83	2,315

Pada Tabel 2 ditunjukkan hasil difraktogram diambil 3-4 puncak representatif dengan intensitas tertinggi yang mirip dengan data standar (Bayliss, 1976). Berdasarkan perhitungan menggunakan Persamaan *Scherrer* (Persamaan 1) didapatkan ukuran partikel dari material nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yaitu 27,67 nm (Lampiran 1).

Tabel 2. Puncak-puncak representatif difraktogram nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

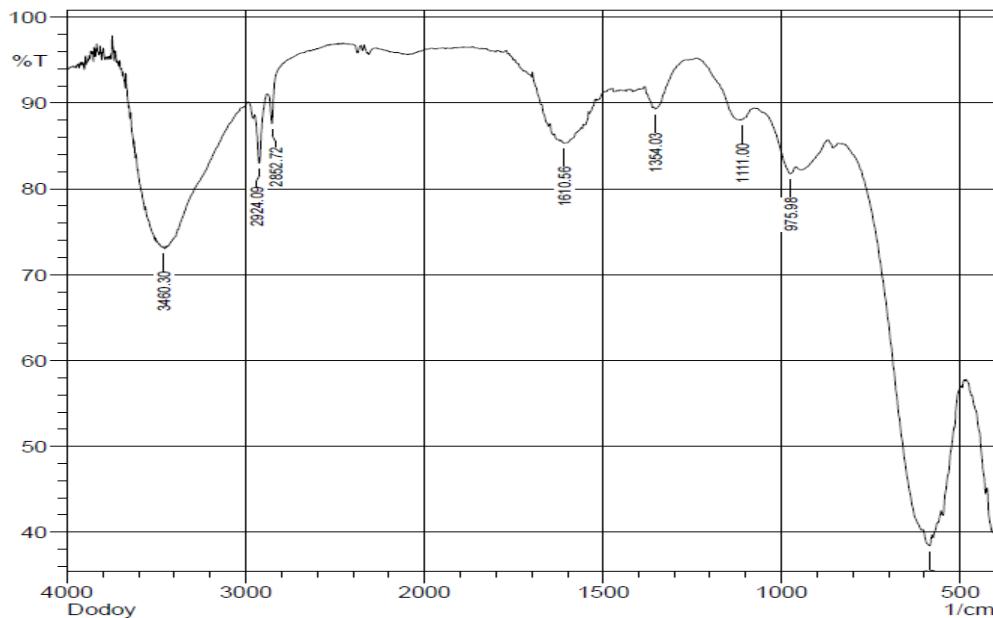
No.	Fasa Kristal (2θ)	Intensitas (%)	FWHM
1.	35.531°	100,00	0.31
2.	62.794°	31.94	0.45
3.	30.152 °	27.77	0.29
4.	43.202 °	26.84	0.32

2. Analisis Keasaman Nanokatalis

Analisis keasaman katalis yang telah dilakukan meliputi penentuan jumlah dan jenis situs asam. Penentuan jumlah situs asam dari katalis ditentukan melalui metode gravimetri berdasarkan adsorpsi basa piridin pada permukaan katalis.

Jumlah situs asam nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang diperoleh dari percobaan yaitu pada suhu kalsinasi 600°C sebesar 14,222 mmol piridin/gram nanomaterial (Lampiran 2). Jumlah situs asam tersebut adalah situs asam yang tersebar pada permukaan katalis, dengan asumsi molekul piridin terlalu besar untuk masuk ke dalam pori-pori yang terdapat pada material (Rodiansono *et al.*, 2007).

Adsorpsi kimia molekul piridin pada katalis dapat terjadi pada situs-situs asam yang terdapat pada permukaan katalis, baik situs asam Brönsted-Lowry maupun situs asam Lewis. Pada situs asam Brönsted-Lowry, piridin berinteraksi melalui ikatan hidrogen, sedangkan pada situs asam Lewis, piridin akan berinteraksi secara koordinasi dengan situs asam (Swoboda and Kunze, 2006). Penentuan situs asam yang terdapat pada permukaan katalis dilakukan menggunakan spetroskopi inframerah. Spektrum IR dari nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang telah mengadsorpsi piridin ditunjukkan dalam Gambar 10.



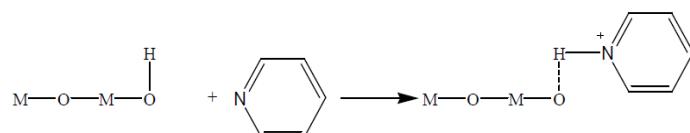
Gambar 10. Spektrum IR nanokatalis $\text{Ni}_{0.45}\text{Cu}_{0.55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

Secara umum, puncak yang muncul pada kisaran panjang gelombang $3500\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya gugus fungsi O-H, dan pita serapan yang terletak di $630\text{--}580\text{ cm}^{-1}$ dan $480\text{--}420\text{ cm}^{-1}$ untuk mengetahui vibrasi ulur kuat dan lemah antara logam dengan oksigen (M-O). Keberadaan situs asam Brønsted-Lowry dan Lewis ditampilkan oleh penyerapan yang berlokasi di $1475\text{--}1420\text{ cm}^{-1}$ dan $1620\text{--}1510\text{ cm}^{-1}$ (Djayasinga and Situmeang, 2015).

Berdasarkan Gambar 10 dapat diketahui bahwa pada nanokatalis yang dipreparasi mengandung gugus fungsi O-H yang puncaknya muncul pada daerah bilangan gelombang $3460,3\text{ cm}^{-1}$ yang disebabkan adanya vibrasi ulur dari gugus fungsi tersebut. Kehadiran piridin terikat pada sampel ditunjukkan dengan munculnya puncak pada daerah bilangan gelombang $1111,00\text{ cm}^{-1}$. Pada daerah bilangan gelombang $975,98\text{ cm}^{-1}$ terdapat serapan yang menandakan adanya interaksi C-H aromatik. Puncak serapan vibrasi ulur C=N terdapat pada bilangan gelombang

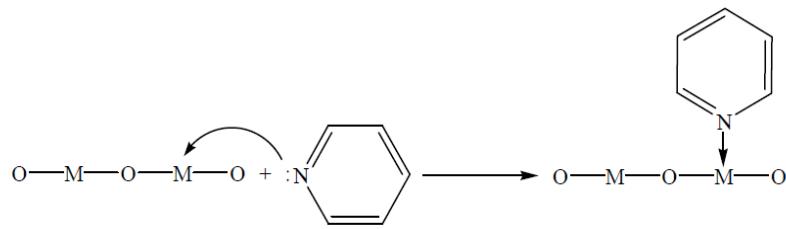
1354,03 cm⁻¹ dan pada daerah sidik jari spektra inframerah, yaitu pada bilangan gelombang 586,36 cm⁻¹, terdapat puncak serapan yang menandakan adanya vibrasi ulur yang kuat antara logam dengan oksigen (M-O) yang saling bertumpangsuh, berupa vibrasi ulur dari Fe-O dan vibrasi tekuk dari Ni-O dan Cu-O. Hal ini menandakan terbentuknya senyawa Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe₂O₄.

Pada penggunaan piridin sebagai basa adsorbat, situs asam Brønsted-Lowry akan ditandai dengan puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1485–1500, ~1620, dan ~1640 cm⁻¹ (Tanabe, 1981). Dari nanokatalis yang disintesis, dapat dilihat pada Gambar 10 bahwa situs asam Brønsted-Lowry tampak pada bilangan gelombang 1354,03cm⁻¹. Adanya pembentukan ion piridinium melalui adanya reaksi piridin yang membentuk ikatan hidrogen dengan katalis (Parry, 1963) yang dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Reaksi antara piridin dengan nanokatalis pada situs asam Brønsted- Lowry

Sedangkan untuk situs asam Lewis ditandai dengan puncak-puncak serapan pada bilangan-bilangan gelombang 1447 – 1460, 1488 – 1503, ~1580, dan 1600 – 1633 cm⁻¹ (Tanabe, 1981). Dari spektrum pada Gambar 10, situs asam Lewis pada nanokatalis ditunjukkan dengan adanya serapan pada daerah gelombang tersebut karena adanya ikatan koordinasi antara piridin dan logam, dengan reaksi yang terjadi yang dapat dilihat pada Gambar 12.

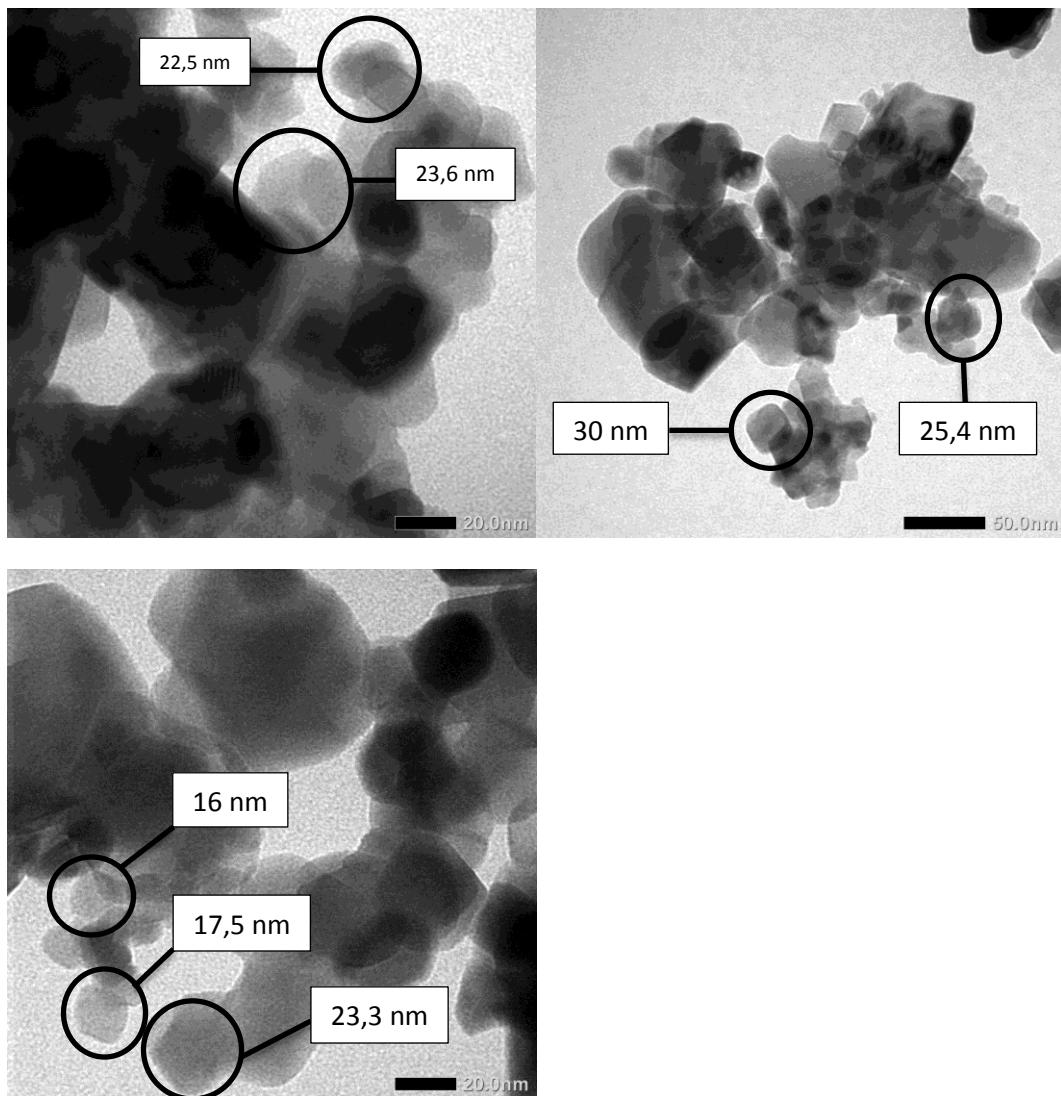


Gambar 12. Reaksi antara piridin dengan logam penyusun nanokatalis pada situs asam Lewis

Berdasarkan definisi Lewis, asam yang berperan sebagai spesi penerima pasangan elektron. Sedangkan definisi Brønsted-Lowry, asam berperan sebagai pendonor elektron. Dominasi antara situs asam Lewis dan Brønsted-Lowry pada permukaan katalis dapat dilihat dari besarnya %T dari masing-masing serapan yang mewakili situs asam tersebut. Dari spektra inframerah yang ditunjukkan pada Gambar 10 dapat dilihat bahwa situs asam Lewis memiliki %T yang lebih kecil dari situs asam Brønsted-Lowry, dengan demikian dapat dikatakan bahwa situs asam Lewis lebih dominan daripada situs asam Brønsted-Lowry pada permukaan katalis. Sehingga katalis lebih dominan untuk menerima pasangan elektron.

3. Analisis Morfologi Nanokatalis Menggunakan TEM

Analisis morfologi katalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM). Analisis ini memberikan informasi mengenai ukuran dan bentuk dari kristal katalis pada perbesaran yang memiliki resolusi tinggi. Mikrograf yang didapatkan dari analisis nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ditunjukkan pada Gambar 13.



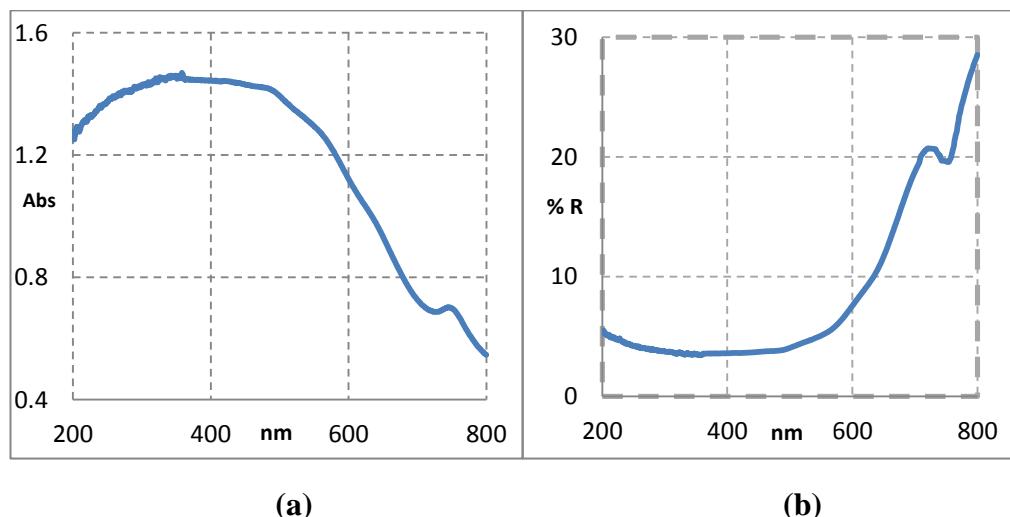
Gambar 13. Mikrograf hasil analisis TEM katalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada skala 20 dan 50 nm

Hasil mikrograf menunjukkan bahwa terbentuk fasa yang homogen dan membentuk jaringan kubus (Situmeang *et al*, 2019) . Bentuk kubus tersebut tampak mendominasi area permukaan secara merata. Gambar berbentuk kubus tersebut membuktikan bahwa terindikasinya struktur kristal *spinel ferrite* yang terdapat pada nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Beberapa daerah pada mikrograf menunjukkan bentuk yang tidak beraturan diakibatkan terjadinya aglomerasi, dimana terjadi penumpukan partikel-partikel nanokatalis menjadi gabungan

partikel yang lebih besar dan tidak beraturan. Rata-rata ukuran partikel yang telah dihitung berdasarkan spot-spot berbentuk kubus pada mikrograf sampel yaitu 22,5 nm. Hasil pengukuran ini tidak jauh berbeda dengan pengukuran menggunakan perhitungan *Scherrer* yaitu, 27,67 nm.

4. Analisis Energi *Band Gap*

Analisis energi *band-gap* dilakukan dengan menggunakan instrumentasi DRS UV-Vis. Pada metode DRS UV-Vis nanokatalis diberi cahaya *ultra violet* dan sinar tampak, selanjutnya radiasi cahaya akan dipantulkan dari permukaannya. Spektrum UV-Vis DRS berupa kurva hubungan antara reflektan (%R) dengan panjang gelombang (λ) atau absorbansi (A) dengan panjang gelombang (λ) (Morales *et al.*, 2007). Gambar 14 menunjukkan spektrum hasil analisis menggunakan alat DRS UV-Vis.



Gambar 14. Spektrum absorbansi terhadap panjang gelombang (a) dan spektrum reflektan terhadap panjang gelombang (b)

Berdasarkan Gambar 14 (a) menunjukkan absorbansi UV terjadi pada panjang gelombang 200-400 nm rentang nilai refleksi 1,264-10,000 dengan penyerapan maksimum pada panjang gelombang lebih dari 350 nm. Kemudian, penyerapan cahaya tampak pada panjang gelombang sekitar 750 nm terlihat meskipun relatif kecil. Penyerapan cahaya oleh nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ menunjukkan bahwa katalis dapat bekerja di area cahaya UV. Selanjutnya Gambar 14(b) menyatakan bahwa pantulan cahaya UV terjadi mulai pada panjang gelombang 400 nm dan terus meningkat dengan rentang nilai refleksi 1,264-24,714. Penentuan nilai energi *band-gap* nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ didapatkan dari koefisien absorpsi menggunakan Persamaan Tauc (Chavan *et al.*, 2010; Chanharasupawong *et al.*, 2012).

Keterangan :

A = Konstanta yang bergantung pada struktur pita dan indeks bias dari material

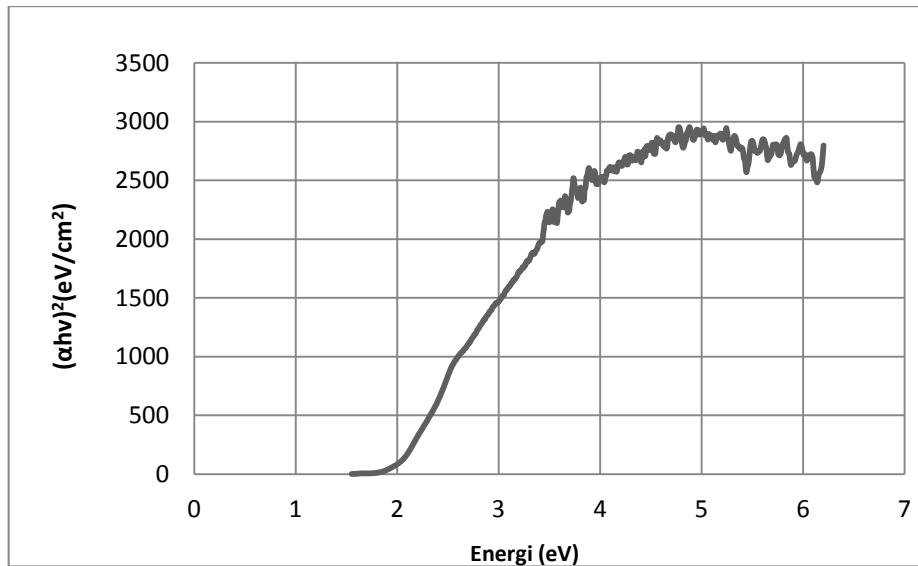
h = Konstanta Plank

v = Frekuensi

E \square = Energi band-gap

Data yang keluar adalah transmitasi (%) terhadap panjang gelombang (nm).

Kemudian dibuat grafik hubungan antara $\alpha \square v^2$ terhadap $\square v$, dengan melakukan ekstrapolasi bagian linier $\alpha \square v^2$ terhadap $\square v$ memotong absis, maka diperoleh nilai energi *band-gap*, ditunjukkan pada Gambar 15 berikut:



Gambar 15. Nilai energi *band-gap* nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$

Gambar 15 menunjukkan nilai energi *band gap* sebesar 1,628 eV (Lampiran 3).

Suatu bahan dapat berfungsi sebagai fotokatalis jika diluminasi dengan foton yang memiliki energi yang setara atau lebih dari energi *band gap* bahan yang dianalisis (Richardson, 1989). Nilai energi *band gap* dapat menunjukkan potensi sebagai fotokatalisis. Katalis TiO_2 dengan nilai energi *band gap* 3,03 eV merupakan katalis yang umum digunakan untuk fotokatalisis dari fase rutile dan 3,18 eV dari fase anastase (Casbeer *et al.*, 2012). Energi *band gap* nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ memiliki nilai lebih rendah dari TiO_2 yang berarti energi yang diperlukan untuk terjadinya proses pembentukan pasangan e^-/h^+ akan lebih rendah, sehingga nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dapat aktif dengan irradiasi cahaya dengan energi yang lebih rendah dari energi sinar UV yaitu pada daerah cahaya tampak dan inframerah.

C. Pembuatan Nanoselulosa

Pembuatan nanoselulosa dimulai dengan mencuci kulit pisang kepok hingga bersih, kemudian dipotong menjadi ukuran yang lebih kecil, setelah itu dijemur di bawah sinar matahari hingga kering. Kulit pisang kepok yang telah kering lalu dihaluskan menggunakan alat penggilingan hingga didapatkan bubuk kulit pisang kepok. Selanjutnya sebanyak 50 gram bubuk kulit pisang kepok dimasukkan ke dalam labu bundar, ditambahkan larutan NaOH 4%, dan direfluks pada suhu 100-120 °C selama 2 jam. Penambahan NaOH bertujuan untuk melarutkan komponen non-selulosa, seperti residu pati, pektin, hemiselulosa dan lignin yang dikenal sebagai proses delignifikasi (Chen *et al.*, 2011). Sampel hasil refluks disaring dan dicuci dengan akuades beberapa kali untuk memisahkan lignin dan hemiselulosa. Setelah itu, dilakukan proses *bleaching* dengan cara memasukkan 60 gram bubuk selulosa ke dalam labu bundar dan ditambahkan 400 mL larutan NaClO₂ 5,12%, buffer asetat pH 5, dan akuades, lalu direfluks pada suhu 110-130 °C selama 4 jam. Proses *bleaching* bertujuan untuk menghilangkan lignin yang masih tersisa dari proses delignifikasi, ditandai dengan rusaknya senyawa fenolik atau molekul yang merupakan penyusun lignin sehingga didapatkan residu yang berwarna putih. Proses *bleaching* diulang beberapa kali untuk mendapatkan warna putih yang maksimal. Residu hasil *bleaching* terakhir dicuci dengan akuades hingga diperoleh padatan putih selulosa lalu dikeringkan.

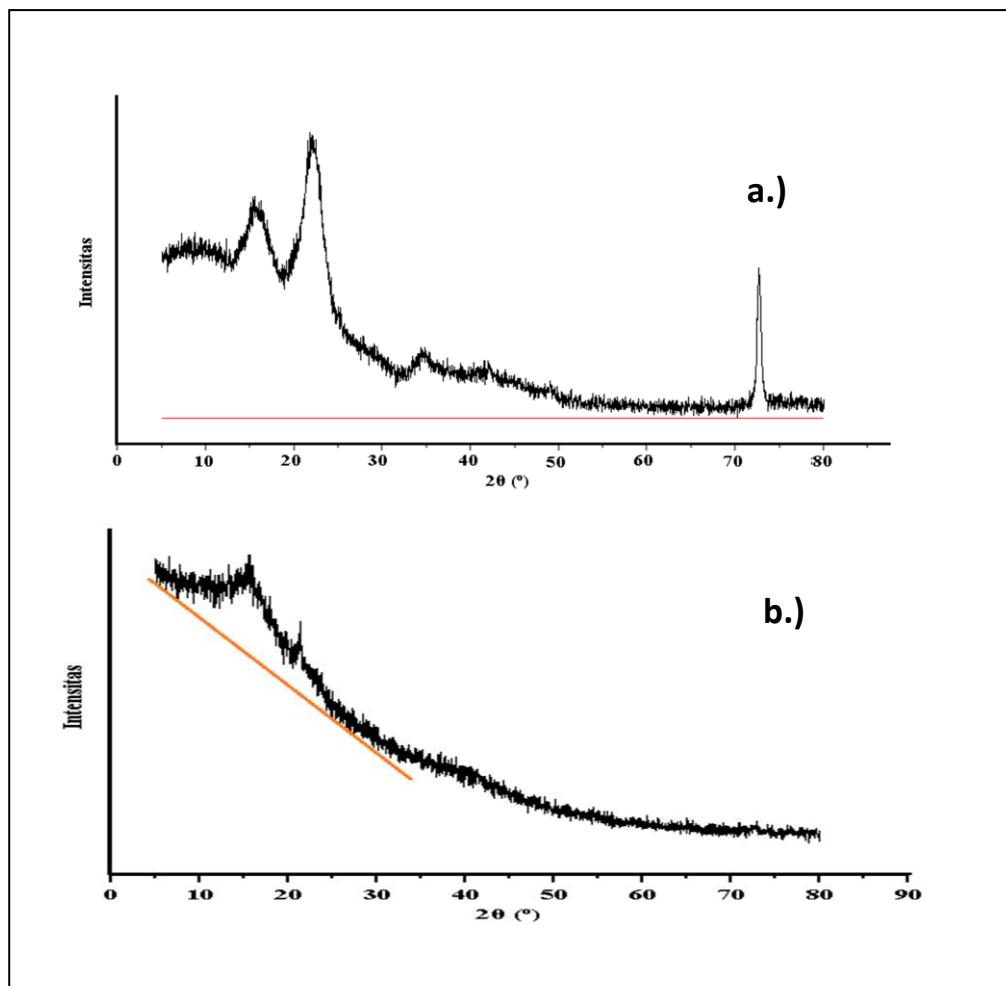
Pembuatan nanoselulosa kulit pisang kepok dibuat dengan cara memasukkan 10 gram sampel selulosa ke dalam labu bundar 1L, kemudian ditambahkan 200 mL larutan HNO₃ 50% dan disonikasi selama 25 jam, dan direfluks selama 45 menit

dengan suhu 60 °C sambil diaduk. Proses ultrasonifikasi ini diperlukan untuk meningkatkan tekanan mekanik berupa gangguan partikel pada selulosa kulit pisang kepok yang menyebabkan terbentuknya rongga dalam selulosa. Setelah itu ditambahkan 200 ml akuabides dan kemudian disentrifugase selama 15 menit dengan kecepatan 3500 rpm dan dilakukan pencucian menggunakan akuades hingga pH cairan mendekati pH 7. Suspensi nanoselulosa yang terbentuk dihilangkan pelarut yang tersisa tanpa merusak strukturnya dengan *freeze-dryer* sehingga didapatkan bubuk nanoselulosa, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 16. Bubuk nanoselulosa yang didapat digerus menggunakan mortar *agate* agar ukuran partikelnya menjadi lebih kecil.



Gambar 16. Nanoselulosa yang diperoleh setelah proses *freeze-drying*

Bubuk nanoselulosa yang telah digerus kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui indeks kristalin yang terbentuk. Analisis difraksi sinar-X ini menghasilkan difraktogram nanoselulosa kulit pisang kepok seperti ditunjukkan pada Gambar 17.



Gambar 17. Difaktogram XRD nanoselulosa (a) kulit pisang (kristalin), dan (b) kulit pisang (amorf).

Indeks kristalin dapat dihitung menggunakan metode segal (Segal *et al.*, 1959)

dengan Persamaan sebagai berikut :

Keterangan :

CI (%) = Indeks Kristalin

I₀₀₂ = Intensitas puncak terbesar yang sesuai dengan bidang pada sampel dengan indeks Miller (002) pada sudut 2θ antara $22^\circ - 24^\circ$

Iam = Intesitas minimum difraksi dari bahan non kristalin yang diambil pada sudut 18°C (Lee, 2018)

Pada Persamaan (4) didapatkan bahwa derajat kristalinitas dari nanoselulosa kristalin (Gambar 17 a) sebesar 67,29% yang berarti daerah amorf dari nanoselulosa sebesar 32,71% (Lampiran 4) sehingga dapat dikatakan bahwa nanoselulosa dominan memiliki fasa kristalin. Pada nanoselulosa amorf (Gambar 17b) yang telah dibuat indeks kristalinitas sebesar 40,63% yang artinya daerah amorf nanoselulosa sebesar 59,37% (Lampiran 4), ini menandakan bahwa nanoselulosa yang telah didapatkan sudah dominan dalam fasa amorf. Pada penelitian ini digunakan nanoselulosa yang dominan pada fasa amorf. Ukuran partikel nanoselulosa dihitung menggunakan Persamaan Scherrer (Persamaan 1), sehingga didapatkan ukuran partikel dari nanoselulosa yang telah dibuat yakni 20,52 nm (Lampiran 5).

D. Uji Aktivitas Katalitik Katalis

1. Konversi Nanoselulosa Menjadi Glukosa

Konversi dilakukan dengan melarutkan nanoselulosa seberat 0,5 gram dan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ seberat 0,1 gram (perbandingan nanoselulosa dengan nanokatalis yaitu 5:1) dengan akuades sebanyak 100 mL dalam gelas kimia. Gelas kimia tersebut kemudian dimasukkan dalam reaktor konversi. Variasi waktu konversi dilakukan pada 5 variasi waktu yaitu 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Hasil konversi yang di dapat lalu dipisahkan antara filtrat dan endapannya dengan menggunakan kertas saring. Kertas saring tersebut lalu dikeringkan dalam oven. Hasil pengeringan kemudian ditimbang dan dihitung persentase nanoselulosa yang terkonversi (Lampiran 6). Persentase

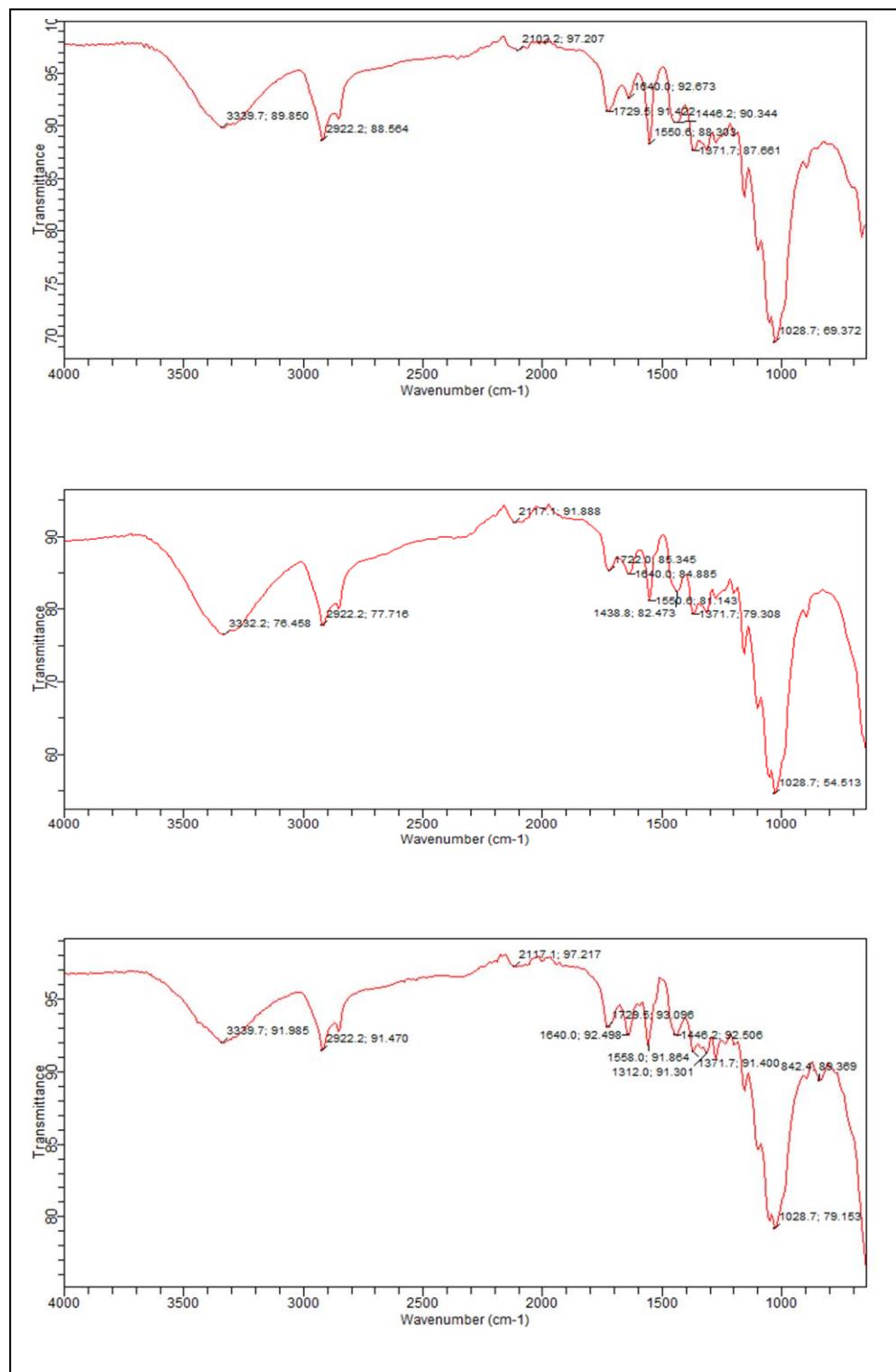
nanoselulosa terkonversi dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Persentase hasil konversi nanoselulosa pada beberapa variasi waktu

Nanoselulosa +Nanokatalis(gr)				
Waktu Konversi	Sebelum Konversi	Setelah Konversi	Massa Nanoselulosa Terkonversi	Persentase Konversi (%)
30	0,6	0,49	0,11	22
60	0,6	0,52	0,08	16
90	0,6	0,51	0,09	18
120	0,6	0,54	0,06	12
150	0,6	0,47	0,13	26

Persentase hasil konversi nanoselulosa tertinggi didapatkan pada sampel yang dikonversi pada waktu konversi 150 menit yaitu sebesar 26%. Hal ini menunjukkan bahwa nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ memiliki aktivitas sebagai foto katalis yang cukup baik dalam mengkonversi nanoselulosa.

Dalam penelitian ini juga dilakukan konversi tanpa menggunakan bantuan sinar UV dan gas H_2 yang dianalisis menggunakan FTIR. Spektrum IR dari hasil konversi nanoselulosa kulit pisang kepok menjadi glukosa dapat dilihat pada Gambar 18.



Gambar 18. Spektra FTIR (a) nanoselulosa (b) nanoselulosa dan nanokatalis sebelum dikonversi dan (c) nanoselulosa dan nanokatalis setelah konversi

Gambar 18 (a-b), menunjukkan bahwa spektrum FTIR terjadi penyerapan pada daerah bilangan gelombang $3400\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ yang menyatakan uap air yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Getaran lentur yang lemah dari air muncul pada bilangan gelombang dari $1700\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$. Getaran peregangan (-CH) muncul pada $2922,2$, $1500\text{-}1400$ dan $1350\text{-}1470\text{ cm}^{-1}$. Hasil spektrum FTIR Gambar 18(a) dan (b) tidak jauh berbeda yang menandakan bahwa proses konversi nanoselulosa dengan nanokatalis tanpa reaksi fotokatalitik kurang efektif.

Pada Gambar 18(c) spektrum katalis yang diperoleh setelah reaksi fotokatalitik menunjukkan bahwa ada interaksi antara air dan selulosa dengan permukaan katalis. Selulosa sendiri memberikan getaran peregangan pada $3600\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ untuk ikatan hidrogen (-OH), $2922,2\text{ cm}^{-1}$ untuk getaran peregangan -CH, $1446,2\text{ cm}^{-1}$ untuk getaran lentur simetris -CH₂, dan $842,4\text{ cm}^{-1}$ untuk getaran dari C – O – C yang membentang dari ikatan β – (1,4) – glikosidik. Spektrum FTIR dari sampel yang diperoleh setelah proses reaksi fotokatalitik, menunjukkan serapan -OH peregangan pada $3339,7\text{ cm}^{-1}$ yang berarti bahwa selulosa dan gugus air berinteraksi dengan permukaan katalis. Peregangan getaran ikatan β – (1,4) – glikosidik muncul pada bilangan gelombang $1028,7\text{ cm}^{-1}$ yang juga menunjukkan bahwa ada interaksi dengan permukaan katalis Ni_{0,45}Cu_{0,55}Fe₂O₄. Selanjutnya, puncak getaran lentur yang muncul di daerah gelombang $1500\text{-}995\text{ cm}^{-1}$ menyatakan bahwa adanya glukosa dan kabohidrat lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa ada kerusakan ikatan selulosa selama reaksi fotokatalitik.

2. Analisis Kualitatif Hasil Konversi Nanoselulosa

Larutan hasil konversi menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ diuji secara kualitatif menggunakan reagen Fehling untuk mengetahui ada atau tidaknya gula pereduksi. Reagen Fehling terbuat dari dua larutan yaitu larutan Fehling A yang merupakan larutan CuSO_4 dan larutan Fehling B yang merupakan campuran larutan antara NaOH dan kalium tartrat. Hasil uji positif pada larutan ditandai dengan terbentuknya endapan merah bata dari hasil reaksi antara gula pereduksi yang mereduksi CuSO_4 menjadi CuO . Hasil uji larutan hasil konversi pada Gambar 19 menunjukkan bahwa proses konversi menghasilkan gula pereduksi.



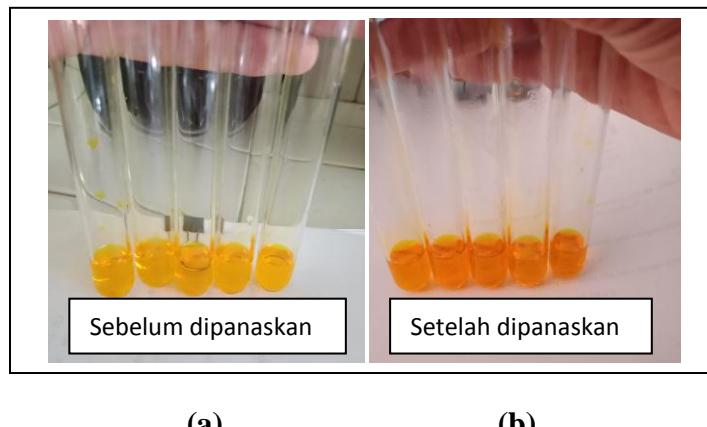
Gambar 19. Hasil uji kualitatif terbentuknya gula pereduksi menggunakan reagen Fehling dari tiap variasi waktu konversi sampel.

3. Analisis Kuantitatif Hasil Konversi Nanoselulosa

Analisis kuantitatif hasil konversi dilakukan menggunakan reagen DNS (*3,5-dinitrosalicylic acid*). Penggunaan reagen DNS berguna untuk mengetahui

konsentrasi gula pereduksi khususnya glukosa dalam larutan hasil konversi. Uji dilakukan dengan mencampurkan masing-masing 1 mL larutan hasil konversi dari tiap variasi waktu yang digunakan dengan 1 mL reagen DNS dalam tabung reaksi kemudian dipanaskan dalam penangas air bersuhu 100 °C selama 10 menit.

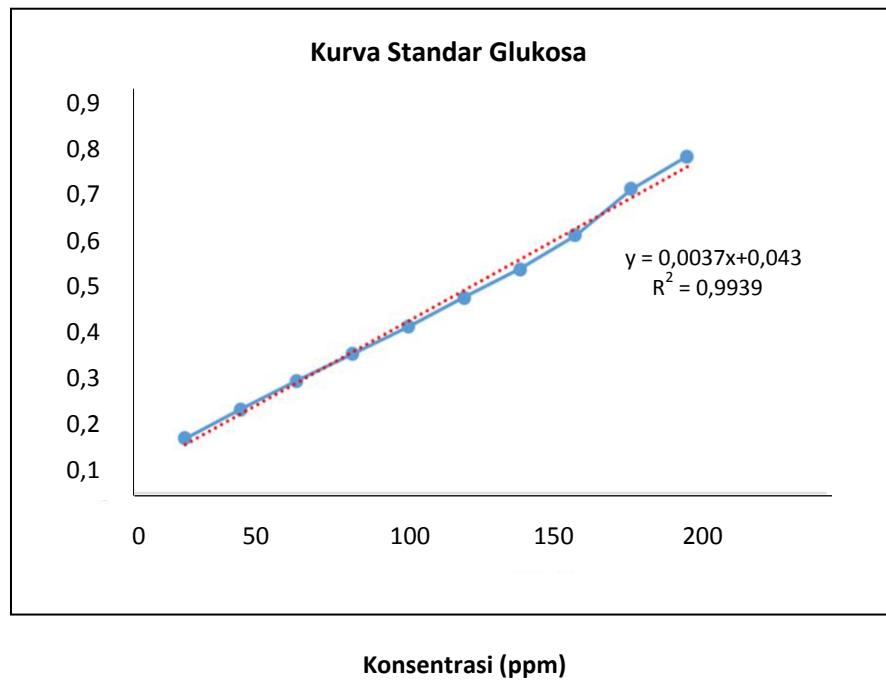
Pada penggunaan DNS sebagai reagen, glukosa yang merupakan gula pereduksi dan memiliki gugus karbonil bebas akan mengalami oksidasi menjadi gugus karboksil. Secara bersamaan, DNS mengalami reduksi menjadi asam 3,5 amino nitrosalisilat. Peningkatan konsentrasi glukosa ditunjukkan dengan perubahan warna larutan menjadi lebih pekat. Adapun hasil pengujian kandungan glukosa pada larutan hasil konversi menggunakan reagen DNS dapat dilihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Larutan hasil uji kuantitatif dari sampel pada variasi waktu konversi 30, 60, 90, 120, dan 150 menit

Konsentrasi gula pereduksi dalam larutan hasil konversi dianalisis menggunakan spektrometer UV-Vis. Pengukuran konsentrasi diawali dengan membuat kurva standar glukosa, dimana larutan standar glukosa yang digunakan yaitu dari

20-200 ppm dan diukur pada panjang gelombang 540 nm. Kurva standar larutan glukosa dapat dilihat pada Gambar 21.



Gambar 21. Kurva standar glukosa.

Berdasarkan perhitungan dengan menggunakan Persamaan regresi linier yang dihasilkan dari kurva standar glukosa, didapatkan data konsentrasi glukosa dalam larutan hasil konversi. Hasil perhitungan konsentrasi glukosa dapat dilihat pada Tabel 4. Contoh perhitungan konsentrasi glukosa dapat dilihat pada Lampiran 7.

Tabel 4. Konsentrasi glukosa hasil konversi

Waktu Konversi (menit)	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	mg/ 100 mL Larutan
30	0,1576	30,97	3,09
60	0,1678	33,73	3,37
90	0,2949	68,08	6,81
120	0,1540	30,00	3,00
150	0,1925	40,40	4,04

Tabel 4 menunjukkan hasil konsentrasi glukosa pada variasi waktu 30, 60, 90, 120, dan 150 menit masing-masing sebesar: 30,97; 33,73; 68,08; 30,00 dan 40,40 ppm. Konsentrasi glukosa paling tinggi didapatkan pada waktu 90 menit, yaitu 68,08 ppm. Hasil uji kuantitatif pada larutan hasil konversi menggunakan reagen DNS menunjukkan terbentuknya glukosa.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

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

1. Hasil analisis struktur kristal nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ menggunakan XRD menunjukkan bahwa nanokatalis mengandung fasa kristalin NiFe_2O_4 dan CuFe_2O_4 dengan ukuran partikel 27,67 nm.
2. Selulosa berukuran nano telah berhasil dibuat dengan ukuran partikel 20,52 nm.
3. Situs asam Lewis mendominasi pada permukaan nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan jumlah situs asam sebesar 14,222 mmol/gr.
4. Nilai energi *band gap* dari nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebesar 1,628 eV. Hal ini menandakan bahwa nanokatalis tersebut dapat bekerja di bawah irradiasi sinar UV.
5. Hasil analisis morfologi nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ menunjukkan terbentuknya struktur yang menjadi ciri khas dari *spinel ferrite* dengan ukuran rata-rata sebesar 22,5 nm.
6. Nanokatalis $\text{Ni}_{0,45}\text{Cu}_{0,55}\text{Fe}_2\text{O}_4$ memiliki aktivitas katalitik untuk mengkonversi nanoselulosa dengan persentase nanoselulosa terkonversi

paling besar yaitu 0,13 pada waktu konversi 150 menit.

7. Konversi nanoselulosa menggunakan reagen Fehling terbukti menghasilkan gula reduksi yang ditandai dengan terbentuknya endapan merah bata pada uji kualitatif menggunakan reagen Fehling.
8. Hasil uji kuantitatif pada larutan hasil konversi menggunakan reagen DNS menunjukkan terbentuknya glukosa dengan konsentrasi terbesar yaitu 68,08 ppm pada waktu konversi 90 menit.

B. SARAN

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

1. Melakukan pengembangan untuk metode pemisahan suspensi antara nanoselulosa dengan pelarutnya (akuabides) sehingga dapat diperoleh jumlah nanoselulosa yang optimal.
2. Menggunakan alat ukuran intensitas cahaya untuk memastikan cahaya yang berasal dari lampu mengenai larutan nanoselulosa yang akan dikonversi.
3. Melakukan optimalisasi pada proses uji katalitik sehingga sinar UV dapat mengenai sampel secara efisien dan efektif.
4. Melakukan pengembangan metode yang lebih baik untuk melakukan analisis pada larutan hasil konversi.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Kahtani, A. A. 2017. Photocatalytic Degradation of Rhodamine B Dyein Waste water Using Gelatin/CuS/PVA Nanocomposites Under Solar Light Irradiation. *Journal of Biomaterial and Nanobiotechnology.* **8:** 66-82.
- Anna R, Suhandar, Jakarta, dan Suharmadi. 2013. Uji Fungsi Freeze Dryer Radiofarmaka. *Pusat Radioisotop dan Radiofarmaka –BATAN.* 61-66.
- Amand, L. A. and C. J. Tullin. 1999. *The Theory Behind FTIR Analysis: Application Examples From Measurement at the 12 MW Circulating Fluidized Bed Boiler at Chalmers.* Dept. of Energy Conversion Chalmers University of Technology. Gitenborg, Sweden. 1–15.
- Anggraini,P. 2013. Hidrolisis Selulosa Eceng Gondok Menjadi Glukosa Dengan Katalis Arang Aktif Tersulfonasi. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri.* **2(3)** : 63-69.
- Arakawa, H. 2001. Catalyst Research of Relevance to Carbon Management: Progress, Challenges and Opportunities. *Chemical Reviews,* Vol. **101**, Pp. 953 – 996.
- ASTM D4824-03. 2003. *Test Method For Determination of Catalyst Acidity by Ammonia Chemisorption.* Annual Book of ASTM. United States. 1-3.
- Aziz A.A., M. Husin, and A. Mokhtar. 2002. Preparation of Cellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunches Via Ethanol Digestion: Effect of Acid and Alkali Catalysts. *Journal of Oil Palm Research.* **14** (1): 9-14.
- Bayliss, P. 1976. *X-Ray Diffraction Powder Data.* Department of Geology, University of Calgary. Canada. p. 335.
- Bermejo E., T. Dantas., C. Lacour., and M. Quarton. 1995. Mechanism of Formation of Nanocrystalline Hematite Prepared by Freeze-Drying. *Material Research Bulletin.* **30(5)** : 645–652.
- Budiman, A.K. 2009. *Protein dan Asam Amino.* Universitas Sumatera Utara. Sumatera.

- Burch, R., J.P. Breen and F.C. Meunier. 2002. A Review Of The Selective Reduction Of NOX With Hydrocarbons Under Lean-Burn Conditions With Non-Zeolitic Oxide And Platinum Group Metal Catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental.* **39**(4): 283–303
- Carlson, T.R., T. P. Vispute, G. Huber. 2008. Green Gasoline by Catalytic Fast Pyrolysis of Solid Biomass Derived Compounds. *Chemical Sustainable Chemistry.* **1**: 397-400.
- Casbeer, E. M., V. K. Sharma and X. Li. Synthesis and Photocatalytic Activity of Ferrites Under Visible Light: A Review. *Separation and Purification Technology.* **87**(18) : 1-14.
- Chantarasupawong, P., R. Philip., T. Endo., and J. Thomas . 2012. Enhanced Optical Limitingin Nanosized Mixed Zinc Ferrites. *Applied Physics Letters.* **100** : 6994-6999.
- Chavan, S.M., M. K.Babrekar, S.S. More., and K.M. Jadhav. 2010. Structural and Optical Properties of Nanocrystalline Ni-Zn Ferrite Thin Fimls. *Journal of Alloys and Compounds.* **507**(1): 21-25.
- Chen, W., H. Yu, Y. Liu and Y. Hai . 2011. Individualization of Cellulose Nanofibers From Wood Using High-Intensity Ultrasonication Combined With Chemical Pretreatments. *Carbohydrate Polymers.* **83**(4): 1804-1811.
- Chorkendroff, I. and Niemantsverdriet J.W. 2003. Concept of Modern Catalysis and Kinetics. *Wiley-VCH GmbH & Co.* New York. 2 – 4.
- Cullity, B.D. 1978. *Element of X-ray Diffraction 2nd edition.* Addison-Wesley Publishing Company Incorporation. Philippines. 397-398.
- Dinas Pertanian Tanaman Pangan dan Hortikultur. 2012. *Luas Panen dan Produksi Tanaman Buah Pisang di Provinsi Lampung.* Universitas Lampung. Lampung.
- Djayasinga, R. and R. Situmeang. 2015. Preparation and Characterization of Nanosize Spinel $\text{Ni}_{0.9}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0.1}\text{O}_4$ using Pectin as Binding Agent. *Proceedings of the IconSSE FSM SWCU.* 48-55.
- Duguet, E. 2000. *Introduction to Hybrid Organic-Inorganic Materials.* University Bordeaoux. p. 12 – 15.
- Ferdiansyah, A. H. 2009. *Aplikasi Lapisan Tipis Titanium Dioksida (TiO_2) sebagai Agen Pembersih Mandiri pada Panel Kaca Bangunan.* Teknik Metalurgi dan Material. Universitas Indonesia. Depok. 36-43.
- Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden. 1982. *Organic Chemistry.* Third Edition. University of Montana California 940 Massachuset. USA. 436-438.

- Frenzer, G and W.F. Maier. 2006. Amorphous Porous Mixed Oxides Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Research*. **36**(1): 281–331.
- Fu, Y.S., H.Q. Chen., X. Q. Sun and Wang, X. 2012. Graphene-supported nickel ferrite : a magnetically separable photocatalyst with high activity under visible light. *J.AIChe*. **58**(3) : 298–3305.
- Gharagozlou, M. 2009. Synthesis, Characterization and Influence of Calcinations Temperature on Magnetic Properties of Nanocrystalline Spinel Co-ferrite Prepared by Polymeric Precursor Method. *Journal of Alloys and Compounds*. **481**(1): 660–665.
- Hansen, T. S., A. Boisen, J. M. Woodley, S. Pedersen and A. Riisager. 2006. *Production of HMF from Aqueous Fructose*. Microwave Study. **8**:1-2.
- Harahap, Y. 2012. Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Kitosan dengan Variasi Asam. *Skripsi*. Fakultas Teknik Kimia, Universitas Indonesia. Jakarta.28.
- Huber, G. W., S. Iborra, A. Corma, 2006. Synthesis of Transportation Fuels from Biomass Chemistry Catalysts and Engineering. *Chemical Reviews*. **106**(9): 4044–4098.
- Hong, Y., A. Ren, Y. Jiang, J. He, L. Xiao, and W. Shi. 2015. Sol-Gel Synthesis of Visible-Light-Driven $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Cu}_{(x)}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Photocatalysts for Degradation of Tetracycline. *Ceramics International*. **41**(1): 1427-1486.
- Iftimie, N., E. Rezlescu, P. D. Popa, and N. Rezlescu. 2006. Gas Sensitivity of Nanocrystalline Nickel Ferrite. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. **8**(3): 1016 – 1018.
- Ioelovich, M. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. **2**(2), 9-13.
- Isdin, O. 2010. Nanoscience in nature: cellulose nanocrystals. *Surg Journal*. **3**(2):77-89.
- Kasapoglu, N., A. Baykal., M. Toprak., Y. Koseoglu., and H. Bayrakdar. 2007. Synthesis and Characterization of NiFe_2O_4 Nano-Octahedrons by EDTA Assisted Hydrothermal Method. *Turkish Journal of Chemistry*. **31**(6): 659-666.
- Kim, H.S., Kim., B. S. Kwak., G.B. Han., M. H. Um and M. Kang. 2014. Synthesis of magnetically separable core @shell structured NiFe_2O_4 @ TiO_2 nanomaterial and its use for photocatalytic hydrogen production by methanol/water splitting, *J.Eng.Chem*. **243** : 272–279.

- Kosela, S. 2010. *Cara Mudah dan Sederhana Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Spektra Data (NMR, Mass, IR, UV)*. Penerbit Lembaga FE UI.Jakarta. Indonesia. 179.
- Labconco. 1996. *Manual Book of Freeze Dry*. USA. 1.
- Lambert C.K and R. D. Gonzalez. 1998. The Importance of Measuring the Metal Content of Supported Metal Catalysts Prepared by the Sol Gel Method. *Applied Catalysis A: General*. **172**(2): 233–239.
- Lecloux, A.J and Pirard, J.P. 1998. High-Temperature Catalysts Trough Sol–Gel Synthesis. *Journal of Non-Crystalline Solids*. **225**: 146–152.
- Lee, Koon-Yang. 2018. *Nanocellulose and Sustainability : Production, Properties, Application and Case Studies*. CRC Press. London. Pp 72-74.
- Maensiri, S., C. Masingboon, B. Bonochom and S. Seraphin. 2007. A Simple Route to Synthesize Nickel Ferrite (NiFe_2O_4) Nanoparticles Using Egg White. *Journal Scripta Materialia*. **56**(191): 797–800.
- Maiti, G. C., M. L. Kundu, S. K. Ghosh, and B. K. Banerjee. 1973. *Cyrstallite Size Measurements and Phase Transformation of Fe_2O_3 , Cr_2O_3 and Fe_2O_3 - Cr_2O_3 System by X-Ray Difraction Method*. Physical Research Wing. Fertilizer Corporation of India Limited. p. 496 – 505.
- Mandal and Chakrabarty. 2011. Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB)and its characterization. *Carbohydrate Polymers*. **86**(3) : 1291-1299.
- Manova, E., T. Tsoncheva., C. Estournes., D. Paneva., K. Tenchev., I. Mitov and Petrov. 2005. Nanosized Iron and Iron – Cobalt Spinel Oxides as Catalysts for Methanol Decomposition. *Journal of Applied Catalysis*. **300**(2) : 170-180.
- Manurung, P., R. Situmeang, E. Ginting and I. Pardede. 2015. Synthesis and Characterization of Titania-Rice Husk Silica Composites as Photocatalyst. *Indonesian Journal Chemistry*. **15**(1): 36-42.
- Morales, A. E., M. E. Sanchez and U. Pal. 2007. Use of Diffuse Reflectance Spectroscopy for Optical Characterization of Un-supported Nanostructures. *Revista Mexicana de Fisica*. **53**(5) : 18-22.
- Naeem, M., N. A. Shah., I. H. Gul and Maqsood, A. 2009. Structural, Electrical and Magnetic Characterization of Ni-Mg Spinel Ferrites. *Journal of Alloys and Compounds*. **487**(1-2) : 739–743.

- Naufala, W.A dan Ellina, S.P. 2015. Hidrolisis Eceng Gondok dan Sekam Padi untuk Menghasilkan Gula Reduksi sebagai Tahap Awal Produksi Bioetanol. *Jurnal Teknik ITS*. 4(2) : 2337-3539.
- Nevell, T.P., and S.H. Zeronian. 1985. *Cellulose Chemistry and Its Applications*. Ellis Herwood United. Chicester.
- Parry, E.P. 1963. An Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Acidic Solids. Characterization of Surface Acidity. *Journal of Catalysis*. 2(5) : 371-379.
- Peng, B. L., Dhar, N., Liu H. Land K. C. Tam. 2011. Chemistry Applications of Nanocrystalline Cellulose and Its derivate : A Nanotechnology Perspective. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*. 89(5): 5050-5052.
- Pinna, F. 1998. Supported Metal Catalyst Preparation. *Catalysis Today*. 41(1-3): 129 –137.
- Putera, D.D. 2008. Sintesis Fotokatalis CuO/ZnO untuk Konversi Metanol Menjadi Hidrogen. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung. Bandung. 9-10.
- Qodri, A. A. 2011. Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Yellow FG* dengan Fotokatalis Komposit TiO₂/SiO₂. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret Surakarta. Surakarta. 7-8.
- Rinaldi, R., N. Meine, J. Stein, R. Palkovits and F. Schüth, 2010. Which Controls the Depolymerization of Cellulose in Ionic Liquids: The Solid Acid Catalyst or Cellulose. *Chemical Sustainable Chemistry*. 3(2): 266-276.
- Rahaman, M. N. 1995. *Ceramics Processing and Sintering*. Departement of Ceramics. M. Dekker. 214-219.
- Richardson, T. J. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York and London. 171.
- Rodiansono, W., Trisunaryanti and Triyono. 2007. Pembuatan, Karakterisasi dan Uji Aktifitas Katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb₂O₅ pada Reaksi Hidrorengkah Fraksi Sampah Plastik menjadi Fraksi Bensin. *Berkala MIPA*. 17: 44 – 54.
- Seddigi, Z.S. 2003. Acidic Properties of HZSM-5 Using Acetylacetone, TPD Ammonia, and FTIR of Adsorbed Pyridine. *The Arabian Journal for Science and Engineering*. 27: 149-156.
- Segal, L., J. J. Creely., A. E.Martinand C. M. Conrad. 1959. An empirical Method for estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using X-ray Diffractometer. *Textile Research Journal*. 29(10): 786-794.

- Setiawati, D.R., A. R. Sinaga dan T. K. Dewi. 2013. Proses Pembuatan Bioetanol Dari Pisang Kepok. *Jurnal Teknik Kimia Universitas Sriwijaya*. Palembang. **1**(19). 11-12.
- Situmeang, R., M. Tamba., E. Simarmata., T. Yuliarni., W. Simanjuntak., Z. Sembiring., and S. Sembiring. 2019. LarCO₃ nanophotocatalyst: the effect of calcination temperature on its cellulose conversion activity under UV-ray irradiation. *Nanoscience and Nanotechnology*. **10** (2019) 015009 (8pp).
- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu: Dasar – Dasar dan Penggunaan Jilid 2*. Universitas Gajah Mada Press. Yogyakarta.
- Swoboda, A.R. And G. W. Kunze. 2006. Infrared Study of Pyridine Adsorbed on Monmorillonite Surface. *Clays and Clay Minerals*. **13**(1) : 277-288.
- Tanabe, K., 1981. Solid Acid and Base Catalyst in Catalysis Science and Technology. John R. Anderson and Michael Boudart. *Springer-Link*. Berlin. **2**: 231 –273
- Tatarchuk, T., M. Bououdina, W. Macyk, O. Shyichuk, N. Palychuk, I. Yaremiy, B. Al-Najar, and Michal Pacia. 2017. Structural, Optical, and Magnetic Properties of Zn-Doped CoFe₂O₄ Nanoparticles. *Nanoscale Res. Lett.* **12**: 141.
- Tjahyono, Yudi. 1998. *Proses Pembuatan Pulp*. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri Selulosa. Bandung.
- Widegren, J., Finke, R., and Mol, J. 2003. Preparation of a Multifunctional Core-Shell Nanocatalyst and Its Characterization by HRTEM. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 191: 187.
- Zain, N. F.M., Yusop, M. Salma and I. Ahmad. 2014. Preparation andCharacterization of Cellulose and Nanocellulose From Pomelo (*Citrusgrandis*) Albedo. *Journal of Nutrition and Food Sciences*. **5**: 334.
- Zamora,L L., C. J. A. González., V. E. Trujilloand R. E. Bolaños. 2010. Optimization of Ethanol Production Process from Cassava Starch by Surface Response. *Journal of the Mexican Chemical Society*. **54**(4): 198-203.
- Zhang,Y. H. P. And L. R. Lynd. 2004. Toward and Aggregated Understanding of Enzymatic Hydrolysis of Cellulose: Noncomplexed Cellulose Systems. *Biotechnol Bioengineering*. **88**: 797-824.
- Zhang, G., Ni, C., Huang, X., Welgamage, A., Lawton, L. A., Robertson, P. K. J and Irvine, J. T. S. 2016. Simultaneous Cellulose Conversion and Hydrogen Production Assisted by Cellulose Decomposition Under UV-light Photocatalysis. *Chemical Communications*. Vol. **52**(8) : 1673–1676.

- Zhao, X., K. Cheng and D. Liu. 2009. Organosolv Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Enzymatic Hydrolysis. *Applied Microbiology and Biotechnology*. **82**(5): 815–827.
- Zi, Z., Y. Sun., Z. Zhu., J. D. Yang and W. Song. 2009. Synthesis and Magnetic Properties of CoFe₂O₄ Ferrite Nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **321**(9): 1251–1255.