KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK (Musa x paradisiaca L.) MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT nGO/TiO₂ DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV

(Skripsi)

Oleh

Grace Febrianti Solafide Sirait



JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS LAMPUNG

2023

ABSTRAK

KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK (Musa x paradisiaca L.) MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT nGO/TiO₂ DIBAWAH IRRADIASI SINAR UV

Oleh

Grace Febrianti Solafide Sirait

Penelitian ini berhasil mengekstrak nanoselulosa dari kulit pisang kepok melalui tahapan delignifikasi, bleaching, dan hidrolisis asam sehingga diperoleh nanoselulosa dengan ukuran partikel 13,5 nm dengan indeks kristalinitas sebesar Nanoselulosa dikonversi menjadi gula alkohol nanokomposit nGO/TiO2 sebagai katalis yang dipreparasi menggunakan metode impregnasi dan sonikasi antara nano grafena oksida yang disintesis dengan metode Hummer termodifikasi dan nanopartikel TiO2 yang disintesis menggunakan metode sol-gel. Impregnasi dilakukan pada 3 variasi penambahan nanopartikel TiO₂ pada permukaan nGO dengan perbandingan massa 0.125/1; 0.25/1 and 0.5/1. Hasil analisis X-Ray Diffraction (XRD) menunjukkan nanokomposit nGO/TiO2 didominasi nanopartikel TiO2 fase anatase dengan ukuran partikel sebesar 14,5-46,3 nm. Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM) menunjukkan terjadinya aglomerasi pada permukaan nGO/TiO₂. Analisis Diffuse Reflectance Spectrophotometer (DRS) menunjukkan nilai energi band gap nGO/TiO₂ sebesar 1,50-1,94 eV. Uji konversi nanoselulosa dilakukan di bawah irradiasi sinar ultraviolet dengan variasi waktu konversi 60, 120, 180, 240, dan 300 menit disertai aliran gas H₂. Analisis hasil konversi secara kuantitatif menunjukkan bahwa konsentrasi gula reduksi terbesar diperoleh pada waktu reaksi 60 menit menggunakan variasi nanokomposit GT0,5 dengan persentase konversi sebesar 27,47%. Analisis menggunakan Kromatografi Cair Tingkat Tinggi (KCKT) menunjukkan bahwa nanokomposit nGO/TiO2 aktif dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol sorbitol dengan konsentrasi 21 ppm.

Kata Kunci: nanoselulosa, gula alkohol, nGO/TiO2

ABSTRACT

CONVERSION OF NANOCELLULOSE FROM KEPOK BANANA PEEL WASTE (Musa x paradisiaca L.) TO SUGAR ALCOHOL USING nGO/TiO₂ NANOCOMPOSITE UNDER UV LIGHT IRRADIATION

 $\mathbf{B}\mathbf{v}$

Grace Febrianti Solafide Sirait

This research successfully extracted nanocellulose from kepok banana peel through the stages of delignification, bleaching, and acid hydrolysis to obtain nanocellulose with a particle size of 13.5 nm with a crystallinity index of 26.06%. Nanocellulose was converted into sugar alcohols using nGO/TiO₂ nanocomposite as catalyst prepared using impregnation and sonication method between nano graphene oxide synthesized by modified Hummer method and TiO₂ nanoparticles synthesized by sol-gel method. Impregnation was carried out on 3 variations of the addition of TiO₂ nanoparticles on the surface of nGO with a mass ratio of 0.125/1; 0.25/1 and 0.5/1. The results of X-Ray Diffraction (XRD) analysis showed that the nGO/TiO₂ nanocomposite was dominated by anatase phase TiO₂ nanoparticles with a particle size of 14.5-46.3 nm. Scanning Electron Microscopy (SEM) analysis showed agglomeration on the surface of nGO/TiO₂. Diffuse Reflectance Spectrophotometer (DRS) analysis shows the band gap energy value of nGO/TiO₂ of 1.50-1.94 eV. Nanocellulose conversion tests were carried out under ultraviolet light irradiation with variations in conversion time of 60, 120, 180, 240, and 300 min accompanied by H₂ gas flow. Quantitative analysis of the conversion results showed that the largest reduced sugar concentration was obtained at a reaction time of 60 minutes using the GT0.5 nanocomposite variation with a conversion percentage of 27.47%. Analysis using High Level Liquid Chromatography (HPLC) showed that the nGO/TiO₂ nanocomposite was active in converting nanocellulose into sorbitol sugar alcohol with a concentration of 21 ppm.

Keywords: nanocellulose, sugar alcohol, nGO/TiO₂

KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK (Musa x paradisiaca L.) MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT nGO/TiO₂ DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV

Oleh

Grace Febrianti Solafide Sirait

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS LAMPUNG

2023

AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK (Musa x paradisiaca L.) MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN NANOKOMPOSIT nGO/TiO2 DI BAWAH IRRADIASI SINAR UV

LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG VERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSIT JERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER
JERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER
JERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER

JERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSIT

Grace Febrianti Solafide Sirait

LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUN

AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVE

1817011089

: Kimia

UNG UNIVERSITAS Fakultas RSITA : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc. NIP. 196006161988111001

INIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITE

ERSITAS LAMPUN

Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si. NIP. 195903081991031001

VERSITAS LAM2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA G UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMI

INVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERS

PUNG UNIVERSITAS LAM JERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSIT

Mulyono, Ph.D. AMPUNG UNIVE

NIP. 197406112000031002 NG UNIVERS UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS CAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS CAMPUNG UNIVER

LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS
LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS

UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER VERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSIT UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER VERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERVICERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIV

WG UNIVERSITAS LAMPUNG MENGESAHKAN

LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG

TAS LAMPUNG UNIVERSITAS LA

MPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIV LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIL AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIV

Tim Penguji

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

RSITAS LAMPUNG

TAS LAMPUNG U

: Prof. Dr. Posman Manurung, M. Si. Sekretaris

Penguji

Bukan Pembimbing : Prof. Dr. Noviany, S. Si., M. Si.

Pit. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG

AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG

TAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG
TAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG
TAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG RSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER
RSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER
RSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER

LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERS AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER

MADUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIV

LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIT AMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVE RSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS RSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS

TAS CAMPUNG UNIVER

Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVERSITAS LAMPUN NIP. 197 10012005011002 UNIVERSITAS LAMPUNG UN UNIVERSITAS LAMPUNG VG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIVER

S LAMPUNG UNIL Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 13 April 2023 NG UNIVERSITAS LAMPUNG UNI MADUNG UNIVERSITAS LAMPUNG UNIV

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama

: Grace Febrianti Solafide Sirait

NPM

: 1817011089

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Perguruan Tinggi

: Universitas Lampung

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul "Konversi Nanoselulosa dari Limbah Kulit Pisang Kepok (Musa x paradisiaca L.) Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokomposit nGO/TiO2 di Bawah Irradiasi Sinar UV" merupakan hasil penelitian dan pemikiran yang telah dikerjakan oleh saya sendiri dan tidak terdapat karya atau pendapat orang lain dalam hasil penelitian saya, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Saya tidak keberatan apabila data pada skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila dikemudian hari ditemukan adanya ketidakbenaran dalam pernyataan ini, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 13 April 2023 Pembuat pernyataan

Grace Febrianti Solafide Sirait NPM 1817011089

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Tinjowan, Kab. Simalungun pada tanggal 24 Februari 2000 sebagai anak kedua dari empat bersaudara, yang merupakan buah cinta dari pasangan Bapak Maringan Sirait dan Ibu Martianna Eva Lasmauli Br. Pangaribuan. Jenjang pendidikan diawali dari Sekolah Dasar di SDN 010080 Serdang Dua yang diselesaikan pada tahun 2011. Sekolah Menengah Pertama di SMP Negeri 8 Kota Tebing Tinggi yang diselesaikan pada tahun 2014. Sekolah Menengah Atas di SMA Negeri 2 Kota Tebing Tinggi yang diselesaikan pada tahun 2017. Pada tahun 2018, penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Pada tahun 2021, penulis telah melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 40 hari di Desa karang Maritim Kec. Panjang Kota Bandar Lampung dan telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT. Indo Energy Solutions (IES) dengan judul "Pengaruh Penambahan Asam Sulfat (H₂SO₄) pada *Palm Oil Mill Effluent* (POME) dalam Analisis Kadar Zat Pengotor dan Kandungan Logam di PT Indo Energy Solutions". Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Anorganik-Fisik, praktikum Kimia Organik-Fisik dan praktikum Kimia Dasar pada tahun 2022 untuk mahasiswa Kimia.

Pengalaman organisasi penulis dimulai sebagai Kader Muda Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Unila sebagai anggota Biro Usaha Mandiri (BUM) periode 2019-2021. Selama menjadi mahasiswa penulis aktif dalam Persekutuan Oikumene Mahasiswa MIPA (POMMIPA) sebagai pengurus dan sebagai anggota di Unit Kegiatan Mahasiswa Kristen Universitas Lampung.

MOTTO

"Sebab aku ini mengetahui rancangan-rancangan yang ada pada-Ku mengenai kamu, demikianlah firman Tuhan, yaitu rancangan damai sejahtera dan bukan rancangan kecelakaan, untuk memberikan kepadamu hari depan yang penuh harapan" **Yeremia 29:11**

"Aku datang segera. Peganglah apa yang ada padamu, supaya tidak seorang pun mengambil mahkotamu" Wahyu 3:11

"Sebab itu janganlah kamu kuatir akan hari besok, karena hari besok mempunyai kesusahannya sendiri. Kesusahan sehari cukuplah untuk sehari" Matius 6:34

Tuhan tak pernah janji langit selalu biru, tetapi dia berjanji selalu menyertai. Tuhan tak pernah janji jalan selalu rata, tapi dia berjanji berikan Kekuatan. Jangan pernah menyerah, jangan berputus asa.

Mujizat Tuhan ada saat hati Menyembah

~Edward Chen~

Biarkan langit tinggi menjadi saksi dari setiap perjuangan Tataplah langit meskipun sulit untuk menggapainya Setinggi-tingginya langit bila ada usaha Segala sesuatunya menjadi mungkin Karena Usaha tidak akan Mengkhianati Hasil (Penulis)

PERSEMBAHAN

Segala puji dan syukur kepada Tuhan Yesus Kristus, dengan ketulusan hati aku persembahkan karya ini kepada:

Kedua orangtua ku terkasih, Bapak Maringan Sirait dan Ibu Martianna Eva Lasmauli Br. Pangaribuan yang telah berjuang untuk mendidik dan membesarkanku, yang selalu mengasihi, mendukung dan mendoakan Keberhasilanku

Abang dan adik-adikku tersayang Joel Bastian Mangatas Sirait, Stefani Tri Aprilia Sirait dan Andre Martinus Inghausyen Sirait serta seluruh keluarga besar yang selalu mendoakan sehingga penulis dapat menyelesaikan karya ini,

Sahabat dan teman-teman yang selalu menemani, mendukung dan memberikan semangat

Almamater tercinta Universitas Lampung

SANWACANA

Segala puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yesus Kristus atas segala Berkat dan Kasih Karunia-Nya yang melimpah, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul "Konversi Nanoselulosa dari Kulit Pisang Kepok (*Musa* x *paradisiaca* L.) menjadi Gula Alkohol menggunakan Nanokomposit nGO/TiO₂ di bawah Irradiasi Sinar UV".

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Dalam pelaksanaan dan penulisan skripsi ini tidak lepas dari kesulitan dan kendala. Namun atas berkat dan kasih karunia Tuhan penulis dapat melalui segala sesuatunya dengan bantuan dan dukungan semangat dari orang-orang terkasih di sekita penulis. Dalam kesempatan ini, penulis ingim menyampaikan terima kasih kepada:

- 1. Diriku sendiri yang sudah berjuang, semangat dan tetap kuat melalui segala rintangan dalam penyelesaian perkuliahan hingga pada penyusunan skripsi.
- 2. Kedua orangtuaku terkasih, Bapak Maringan Sirait dan Ibu Martiana Eva Lasmauli Br. Pangaribuan yang telah berjuang dan berkorban demi penulis, menjadi pendengar serta senantiasa memberikan semangat dan dukungan moral maupun materi. Terimakasih untuk segala kesabaran dan lelah yang dialami untuk keberhasilan penulis menyelesaikan studi.
- 3. Bapak Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M. Sc., selaku pembimbing utama yang telah membimbing, memberikan banyak ilmu pengetahuan, bimbingan, nasihat, arahan, saran, bantuan, kritik dan motivasi yang sangat berarti bagi penulis selama penelitian hingga penyusunan skripsi ini.

- 4. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M. Si., selaku pembimbing kedua yang telah memberikan bimbingan, arahan, kritik, saran, nasihat dan dukungan bagi penulis selama penyusunan skripsi ini.
- 5. Ibu Prof. Dr. Noviany, M. Si., selaku penguji atas kesediaan memberikan arahan, saran, koreksi, kritik, dan nasihat yang sangat membantu penulis.
- Bapak Alm. Drs. R. Supriyanto, M. S. dan Ibu Prof. Dr. Kamisah Pandingan,
 M. Si., selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan
 dukungan dan semangat pada penulis selama perkuliahan.
- 7. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
- 8. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, M. Si., selaku Plt. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
- 9. Seluruh dosen dan staf administrasi di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung yang telah memberikan banyak ilmu pengetahuan dan motivasi pada penulis selama perkuliahan.
- 10. Saudara-saudariku tersayang abang Joel Bastian Mangatas Sirait, Stefani Tri Aprilia Sirait dan Andre Martinus Inghausyen Sirait, terimakasih untuk dukungan kalian selama penulis menjalani perkuliahan, selalu menjadi pendengar setia dan menjadi alasanku untuk tetap berjuang sampai titik akhir.
- 11. Keluarga besar yang kukasihi, teruntuk Inspirasi pendidikan ku Op. Shendy Sirait/ Br. Hutagaol, Kak Vivianti Sirait dan kak Maeda Sirait, terimaksih sudah menjadi menjadi inspirasi penulis untuk menempuh pendidikan hingga jenjang yang lebih tinggi serta selalu menyemangati, mendukung dan mendoakan penulis selama perkuliahan.
- 12. Kakak penyemangatku Junita Lestari Purba dan Bintang Rajagukguk yang selalu siap sedia mendengarkan setiap cerita dan keluh kesahku selama menjalani perkuliahan, serta selalu memberikan dukungan, semangat, nasihat dan motivasi bagi penulis hingga penulisan skripsi ini.
- 13. Sobatku UNO Girls, Aprilia Fransiska Br. Sembiring, Chetrine Enamia Ginting, Dora Panny Nurcahaya Sitorus, Ester Hellen Novalina Lumban Gaol, Meryam Grace Lumban Tobing, dan Ninid Widya Sari Lubis, terimakasih sudah menjadi pendengar disetiap keluh kesahku dan selalu

- mendukung, menyemangati serta memotivasi penulis selama perkuliahan hingga pengerjaan Tugas Akhir.
- 14. Sobat Ambyar Squad Hendriko Marisep, Indah Permata Sari, Kadek Fani Sugiyanti dan Kharisma Citra Aprilia, terimakasih untuk cerita-cerita yang telah diukir sepanjang perkuliahan dan dukungan tiada henti pada penulis hingga penyusunan skripsi.
- 15. Teman-teman seperjuangan penelitian Iin Indriani Sibagariang, Shafa Ilina Faticha, M. Rifki Fadillah, Kak Arya Sanda dan kakak serta adik-adik sebimbingan, terimakasih untuk kerjasamanya selama penelitian hingga penulisan tugas akhir ini bisa terselesaikan.
- 16. Ibu Liza Aprilia, S. Si. selaku laboran di Laboratorium Anorganik-Fisik yang telah membantu berlangsungnya penelitian di laboratorium serta teman-teman di laboratorium yang senantiasa membantu, mendukung dan memberi keceriaan bagi penulis.
- 17. Teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2018 terutama rekan-rekan kelas Mari Bersinar, terimakasih atas segala cerita yang telah dilalui bersama dan dukungan yang memotivasi penulis selama perkuliahan.
- 18. Persekutuan Oikumene Mahasiswa MIPA (POM MIPA) yang menjadi rumah dan keluarga bagi penulis, terimakasih untuk semangat, dukungan, kebersamaan, pelayanan, serta canda tawa. Semoga POM MIPA senantiasa menjadi wadah pelayanan yang baik bagi mahasiswa MIPA generasi berikutnya.
- 19. Semua pihak yang telah membantu dan mendoakan penulis secara tulus dalam proses penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.
- 20. Almamater tercinta Universitas Lampung

Penulis menyadari skripsi ini jauh dari kata sempurna, besar harapan semoga skripsi ini dapat berguna bagi kita semua serta dapat memberikan saran yang membangun bagi penulis untuk lebih baik kedepannya.

Bandar Lampung, 13 April 2023

DAFTAR ISI

		Н	alaman
DA	FTAR	ISI	i
DA	FTAR	GAMBAR	iii
DA	FTAR	TABEL	V
I.	PEN	NDAHULUAN	1
	1.1	Latar Belakang	1
	1.2	Tujuan Penelitian	
	1.3	Manfaat Penelitian	
II.	TIN	JAUAN PUSTAKA	6
	2.1	Selulosa	6
	2.2	Nanoselulosa	6
	2.3	Limbah Kulit Pisang	7
	2.4	Katalis	8
		2.4.1 Aktivitas	9
		2.4.2 Stabilitas	9
		2.4.3 Waktu Hidup	9
		2.4.4 Selektivitas	
		2.4.5 Kekuatan Mekanik	
		2.4.6 Regenerasi	10
	2.5	Nanokomposit	10
	2.6	Tongkol Jagung	11
	2.7	Grafit	12
	2.8	Grafena Oksida	13
	2.9	Sinar Ultraviolet (UV)	15
	2.10	Titanium Dioksida	16
	2.11	Gula Alkohol	18
		2.11.1 Sorbitol	
		2.11.2 Manitol	
		2.11.3 Xilitol	20
	2 12	Metode Preparaci Katalic	21

		2.12.1 Metode Sol Gel	
		2.12.2 Metode Impregnasi	
	2 12	Karakterisasi Katalis	
	2.13	2.13.1 Penentuan Fasa Kristalin dan Ukuran Partikel	
		2.13.1 Penentuan Fasa Kristann dan Okuran Partiker	
		2.13.3 Analisis Gugus Fungsi Katalis	
		2.13.4 Analisis Energi <i>Band-Gap</i> Katalis	
		2.13.5 Analisis Luas Permukaan Spesifik (Specific Surface Area)	27
	2.14	Reaksi Fotokatalitik	28
	2.15	Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	28
III.	MET	TODE PENELITIAN	31
	3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	31
	3.2	Alat dan Bahan	31
	3.3	Prosedur Penelitian	32
		3.3.1 Preparasi Nanoselulosa dan Karakterisasi	32
		3.3.2 Preparasi nano Grafena Oksida	
		3.3.5 Karakterisasi Nanokomposit nGO/TiO ₂	36
		3.3.6 Uji Aktivitas Nanokomposit nGO/ TiO ₂ dengan Reaksi Fotokatalitik	38
IV.	HAS	IL DAN PEMBAHASAN	40
	4.1	Preparasi Nanoselulosa	40
	4.2	Preparasi nano Grafena Oksida (nGO) dan Karakterisasi	43
	4.3	Sintesis Titanium Dioksida (TiO ₂)	51
	4.4	Preparasi Nanokomposit nGO/TiO ₂	55
	4.5	Karakterisasi Nanokomposit nGO/TiO ₂	56
		4.5.1 Analisis Fasa Kristalin dan Struktur	56
		4.5.2 Analisis Gugus Fungsi	
		4.5.3 Analisis Energi band-gap	
		4.5.4 Analisis Morfologi Permukaan	
	4.6	Uji aktivitas Nanokomposit	
		4.6.1 Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol	
		4.6.2 Analisis Kuantitatif Hasil Konversi	
		4.6.3 Analisis Hasil Konversi Menggunakan HPLC	UU
T 7	KEC	4.6.3 Analisis Hasil Konversi Menggunakan HPLC	70
V.		IMPULAN DAN SARAN	
V.	5.1	IMPULAN DAN SARAN Kesimpulan	70
	5.1 5.2	IMPULAN DAN SARAN Kesimpulan Saran	70 70
	5.1 5.2	IMPULAN DAN SARAN Kesimpulan	70 70

DAFTAR GAMBAR

Ga	mbar	Halaman
1.	Struktur Selulosa	<i>6</i>
2.	Mekanisme Hidrolisis Asam	7
3.	Limbah Tongkol Jagung	11
4.	Struktur Material Grafit	13
5.	Struktur Grafena Oksida	14
6.	Reaksi Pembentukan Grafena Oksida	15
7.	Bentuk Kristal TiO ₂	17
8.	Konversi Katalitik Selulosa menjadi Gula Alkohol	18
9.	Struktur Sorbitol	19
10.	Struktur Manitol	20
11.	Struktur Xilitol	20
12.	Skema Alat XRD	23
13.	. Ilustrasi Difraksi Sinar-X pada XRD	24
14.	Prinsip Kerja SEM	25
15.	Skema alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	29
16.	Serbuk a) Kulit Pisang Kepok b) Selulosa c) Nanoselulosa	41
17.	Difraktogram XRD Nanoselulosa dari Kulit Pisang Kepok	42
18.	Serbuk a) Arang Tongkol Jagung b) Grafit c) nGO	45
19.	Difraktogram XRD a) Grafit b) nGO	46
20.	Spektrum Inframerah a) Grafit b) nGO	47
21.	Plot Adsorpsi-Desorpsi BET nGO	49
22.	Spektrum Absorbansi nGO	50
23	Nilai Energi hand gan nGO	51

24. Serbuk TiO ₂	52
25. Difraktogram XRD Nanopartikel TiO ₂	52
26. Spektrum Absorbansi Nanopartikel TiO ₂	54
27. Nilai Energi band-gap Nanopartikel TiO ₂	54
28. Serbuk Nanokomposit nGO/TiO ₂	55
29. Difraktogram XRD a) nGO b) GT0,125 c) GT0,25 d) GT0,5	56
30. Spektrum FTIR nGO/TiO ₂ a) GT0,125 b) GT0,25 c) GT0,5	58
31. Spektrum Absorbansi a) GT0,125 b) GT0,25 c) GT0,5	59
32. Nilai Energi band gap Nanokomposit GT0,125	60
33. Nilai Energi band gap Nanokomposit GT0,25	60
34. Nilai Energi band gap Nanokomposit GT0,5	61
35. Mikrograf SEM Nanokomposit nGO/TiO ₂ Variasi GT0,5	62
36 .Reaksi Dinitrosalisilat dan Glukosa	64
37. Kurva Standar Glukosa	64
38. Kromatogram HPLC Larutan Hasil Konversi	66
39. Skema Reaksi Konversi Selulosa menjadi Heksitol	68

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Limbah Hasil Pertanian yang Berpotensi sebagai Sumber Selulosa	6
2. Kandungan Kulit Pisang Kepok	8
3. Komposisi Kimia Limbah Tongkol Jagung	12
4. Puncak Representatif Nanopartikel TiO ₂	53
5. Impregnasi Nanokomposit nGO/TiO ₂	55
6. Puncak Representatif Nanokomposit nGO-TiO ₂	57
7. Nilai Energi <i>band gap</i> Nanokomposit nGO/TiO ₂	61
8. Persentase Nanoselulosa Terkonversi dengan Katalis nGO/TiO2	63
9. Konsentrasi Glukosa pada Larutan Konversi dengan Katalis nGO/TiC) ₂ 65

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini biomassa banyak menarik perhatian para peneliti karena sifatnya yang ramah lingkungan dan menjadi sumber energi terbarukan. Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki potensi biomassa melimpah berasal dari limbah kehutanan, perkebunan dan pertanian. Biomassa yang diperoleh dari limbah pertanian memiliki tiga komponen utama dalam lignoselulosa yaitu lignin (10-25%), selulosa (30% - 50%) dan hemiselulosa (20-35%), dengan selulosa menjadi komponen yang paling banyak dimanfaatkan (Xin *et al.*, 2020). Selulosa salah satu biopolimer yang melimpah, dapat diperbaharui, mudah terurai dan juga bersifat tidak beracun.

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil pisang yang paling populer dan budidayanya tersebar luas di sebagian besar negara tropis. Pisang kepok (*Musa* x *paradisiaca* Linnaeus) adalah salah satu yang paling banyak dikonsumsi masyarakat Indonesia sebagai buah atau diolah menjadi produk makanan yang menghasilkan limbah berupa kulit pisang. Kulit pisang biasanya hanya dibuang tanpa pengolahan lebih lanjut yang menyebabkan pencemaran lingkungan di alam karena akan meningkatkan keasaman tanah. Kulit pisang mengandung selulosa sekitar 18%, sehingga kandungan selulosa yang cukup tinggi ini dapat dimanfaatkan (Ramadhany *et al.*, 2021). Hal itu memacu para peneliti untuk memanfaatkan selulosa dalam sintesis bahan kimia yang memiliki nilai tambah dalam menghasilkan sumber daya terbarukan seperti gula alkohol (Manaenkov *et al.*, 2019). Nugraha *et al.* (2021) telah berhasil mengisolasi selulosa tipe I

berukuran nano dari kulit pisang dengan derajat kristalinitas sebesar 72,4% dan diameter 12,1 nm.

Dewasa ini perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi yang berkembang pesat banyak melahirkan inovasi material kimia terbarukan seperti ilmu nanoteknologi. Salah satu material kimia yang banyak menarik perhatian peneliti yaitu grafena oksida (Bete *et al.*, 2019). Grafena oksida merupakan senyawa turunan grafena yang memiliki karakteristik dan struktur mirip dengan grafena. Grafena oksida memiliki permukaan hidrofilik karena mempunyai gugus bermuatan negatif dan mengandung oksigen, dan berfungsi sebagai tempat penahan untuk gugus oksida logam. Grafena oksida dapat diperoleh dari grafit dengan memanfaatkan arang dengan proses oksidasi kimia (Ye *et al.*, 2019).

Konversi selulosa menjadi gula alkohol dapat dilakukan dengan menggunakan bantuan katalis. Menurut Kobayashi *et al.*, (2011), katalis heterogen berbasis logam transisi adalah material yang baik dalam konversi selulosa menjadi gula alkohol oleh karena sifatnya yang tidak korosif, mudah dipisahkan, dapat digunakan kembali, dan dapat diterapkan pada kondisi reaksi yang luas. Beberapa penelitian yang telah dilakukan, hidrogenasi hidrolitik selulosa menjadi gula alkohol oleh katalis logam transisi seperti Platinum dan Rutenium berhasil mencapai 73% hanya menggunakan katalis logam dan mencapai 91% dengan penggabungan katalis asam (Komanoya *et al.*, 2014). Penggunaan katalis asam dibawah hidrogenasi memainkan peran penting situs asam dalam menentukan hasil hidrolisis selulosa menjadi glukosa, yang akan menjadi gula alkohol dengan mereduksi gugus C=O pada glukosa.

Fukuoka dan Dhepe (2006) berhasil mengkonversi selulosa menggunakan katalis Pt/γ-Al₂O₃ dibawah tekanan H₂ selama 24 jam memperoleh gula alkohol : sorbitol 25% dan manitol 6%. Selain itu, konversi selulosa menggunakan katalis Ru/NMC pada suhu karbonisasi 600 °C berhasil menghasilkan gula alkohol hingga 50,3% dalam waktu 1 jam (Ban *et al.*, 2020). Laporan terbaru konversi selulosa menjadi H₂ dan CO₂ yang dilakukan Zhang *et al.* (2016) menggunakan katalis TiO₂ dan TiO₂(Pt) dibawah irradiasi sinar Ultraviolet (UV) berhasil mengkonversi mencapai 90%.

Saat ini katalis berbasis nikel telah banyak digunakan untuk konversi selulosa menjadi gula alkohol karena lebih murah namun memiliki aktivitas yang lebih rendah dalam produksi gula alkohol (Van de Vyver *et al.*, 2010). Seperti penelitian yang dilakukan oleh Maranatha (2018), dilaporkan nanokomposit Ni_{0,55}Cu_{0,45}Fe₂O₄ berhasil mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dengan hasil konversi sebesar 26% selama 45 menit dibawah irradiasi sinar Ultraviolet (UV). Nanokomposit Ni_{0,55}Cu_{0,45}Fe₂O₄ dapat bekerja dibawah pengaruh sinar UV dengan energi *band gap* 1,99 eV. Namun, pada hasil konversi tidak terdeteksi gula alkohol sorbitol.

Beberapa penelitian telah berhasil melakukan uji aktivitas katalitik grafena oksida (GO). Nadimi *et al.*, (2019) melaporkan reaksi katalitik dari nanokomposit TiO₂/Fe₃O₄/GO dalam degradasi zat warna metilen biru (MB) di bawah irradiasi sinar UV dan radiasi sinar tampak. Penambahan grafena oksida meningkatkan adsorpsi metilen biru diikuti peningkatan situs aktif GO yang menunjukkan degradasi mencapai 71% setelah penyinaran cahaya tampak selama 90 menit. Beberapa peneliti telah berhasil mensintesis grafena oksida dengan metode kimia, seperti metode *Liquid Phase Exfoliation*, metode Staudeumaier's, metode Offeman dan metode Brodie's. Pada penelitian ini grafena oksida akan disintesis dengan menggunakan metode Hummer. Metode ini dikemukan oleh Hummer dan Offman pada tahun 1957 dengan mengembangkan proses lebih aman, cepat, dan efisien menggunakan campuran asam sulfat (H₂SO₄), natrium nitrat (NaNO₃), dan kalium permanganat (KMnO₄) yang sampai saat ini masih tetap digunakan dikenal sebagai metode Hummer termodifikasi (Hirata *et al.*, 2004).

Berdasarkan penjelasan diatas, pada penelitian ini dilakukan preparasi nanopartikel TiO₂ menggunakan metode sol-gel. Kemudian nanokomposit TiO₂ di distribusikan pada permukaan nGO untuk memperoleh nanokomposit nGO/ TiO₂ menggunakan metode impregnasi dan sonokasi. Nanoselulosa yang digunakan di isolasi dari kulit pisang kepok (*Musa x paradisiaca* L.). Selanjutnya nanokomposit akan di karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menentukan fasa kristalin, karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)* dalam menentukan jenis dan jumlah situs asam,

Diffuse Reflectance Spectrophotometer UV-Vis (DRS UV-Vis) menentukan energi band-gap, Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan dan Brunauer-Emmet-Teller (BET) untuk menentukan luas permukaan spesifik. Uji aktivitas nanokomposit dilakukan dengan menggunakan reaktor konversi yang terdiri dari sumber sinar UV dan gas hidrogen. Hasil konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dilakukan analisis menggunakan High Performance Liquid Chromatography (HPLC) dengan target yang diperoleh adalah sorbitol, manitol dan xilitol.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut.

- 1. Mengekstraksi selulosa berukuran nano dari limbah kulit pisang kepok.
- 2. Memperoleh grafena oksida berukuran nano.
- 3. Memperoleh nanokomposit nGO/TiO₂ yang memiliki aktivitas tinggi dalam konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol sorbitol, manitol dan xilitol.

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut.

- Meningkatkan nilai ekonomis limbah kulit pisang kepok yang dapat di konversi menjadi gula alkohol.
- Memberikan informasi mengenai perkembangan ilmu nanoteknologi dalam penggunaan nanokomposit nGO/ TiO₂ untuk konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Selulosa

Selulosa adalah salah satu bagian dari karbohidrat yang merupakan polimer homopolisakarida dari monomer glukosa yang memiliki rumus empiris $(C_6H_{10}O_5)_n$ yang dihubungkan ikatan glikosidik β (1,4). Selulosa merupakan polimer linear rantai lurus yang terdiri dari 300 hingga 15.000 D-glukosa yang dihubungkan oleh ikatan β -(1,4) glikosidik membentuk rantai yang saling bersisian, kokoh, dan lurus. Selulosa memiliki permukaan yang seragam dan membentuk lapisan struktur pori seperti serat (Fatriasari *et al.*, 2019). Struktur Selulosa ditunjukkan pada Gambar 1.

Gambar 1 Struktur Selulosa (Kobayashi et al., 2011)

Senyawa selulosa ditemukan sangat melimpah pada tanaman dan produk hortikultura yang banyak terdapat pada kayu dan dinding sel tanaman mencapai 40-50% (Dhepe dan Fukuoka, 2008). Selulosa dapat diisolasi dari dinding sel tanaman, bahan berkayu, rambut biji, kulit pohon, tanaman laut dan lain-lain. Kelimpahan selulosa dalam tanaman bervariasi menurut sumbernya, limbah hasil pertanian yang berpotensi sebagai sumber selulosa ditunjukkan pada Tabel 1.

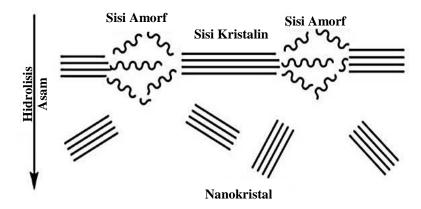
Tabel 1 Limbah Hasil Pertanian yang Berpotensi sebagai Sumber Sel
--

Tanaman	Kandungan Selulosa (%)	Referensi
Kulit Pisang	18 %	(Ramadhany et al., 2021)
Tongkol Jagung	41 %	(Sina et al., 2020)
Jerami Padi	37,71 %	(Pratiwi et al., 2016)
Ampas Tebu	50 %	(Hermiati et al., 2017)
Tandan Kelapa Sawit	33,25 %	(Dewanti, 2018)

Selulosa tidak memiliki rasa dan bau, tidak larut dalam air, tahan terhadap oksidasi serta stabil terhadap panas. Selulosa dapat larut dalam larutan asam konsentrasi tinggi pada keadaan hidrolisis. Dewasa ini selulosa telah banyak diteliti, seperti dimanfaatkan sebagai bahan baku produksi gula alkohol. Proses konversi dilakukan dengan hidrolisis selulosa menjadi glukosa, kemudian dikonversi melalui reaksi hidrogenasi dengan bantuan katalis menjadi gula alkohol (Kobayashi *et al.*, 2011).

2.2 Nanoselulosa

Selulosa dapat diubah menjadi senyawa berukuran nano atau yang lebih dikenal dengan nanoselulosa. Salah satu metode untuk memperoleh nanoselulosa yaitu dengan cara hidrolisis asam menggunakan asam kuat seperti HCl, HNO3 dan H2SO4. Asam bertindak sebagai katalis non spesifik yang dapat menghidrolisis selulosa pada tingkat konversi paling tinggi. Selulosa memiliki bagian rantai yang bersifat amorf dan kristalin yang lebih mudah diserang pada saat hidrolisis sehingga nanoselulosa memiliki luas permukaan yang lebih besar, kristalinitas yang lebih tinggi dan *biodegradable*. Purwanti dan Dampang (2017) melaporkan isolasi nanokristalin selulosa yang dihidrolisis menggunakan asam kuat H2SO4 memiliki partikel yang kurang baik dan bentuk partikel yang tidak kelihatan. Hal itu terjadi karena konsentrasi asam yang terlalu tinggi, sehingga selulosa terhidrolisis menjadi molekul yang lebih kecil. Mekanisme hidrolisis asam ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2 Mekanisme Hidrolisis Asam

Nanoselulosa yang diperoleh dari hidrolisis α-selulosa menggunakan asam kuat saat ini sudah banyak digunakan sebagai nanokomposit. Pada saat proses hidrolisis asam bagian amorf dari selulosa terlarut, sehingga menghasilkan kristalin berbentuk nanopartikel dengan diameter 8-10 nm dan panjang 100 nm sampai beberapa mikrometer tergantung pada sumber selulosa (Putri dan Gea, 2018).

Nanoselulosa memiliki banyak keunggulan apabila dimanfaatkan pada berbagai aplikasi karena memiliki sifat mekanik dari kristal yang baik sehingga dapat dimanfaatkan dalam pembuatan material nanokomposit. Morfologi permukaan nanoselulosa bergantung pada bahan baku dan prosesnya. Pada umumnya nanoselulosa yang memiliki kristanilitas yang lebih tinggi memiliki sifat mekanik dan termal yang lebih baik.

2.3 Limbah Kulit Pisang

Provinsi Lampung merupakan salah satu provinsi yang menghasilkan produksi pisang terbanyak ke dua di Indonesia. Hal ini terjadi karena faktor geografis dari provinsi Lampung sangat mendukung dalam budidaya tanaman pisang. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (2022) jumlah produksi pisang Provinsi Lampung tahun 2021 yaitu sebesar 1.935.559 ton dan berdasarkan data Dinas Pertanian Tanaman Pangan dan Hortikultura Provinsi Lampung (2018), Kabupaten Pesawaran menjadi sentra produksi pisang tertinggi di provinsi

Lampung dengan jumlah produksi yaitu sebesar 414.665,5 ton dengan luas panen 9.600 ha.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Sukowati *et al.*, (2014), dilaporkan limbah kulit pisang kepok mengandung serat yang sangat halus dengan kandungan selulosa 18, 03%, hemiselulosa 23,20%, dan lignin 21,29%. Kulit pisang tidak hanya terdiri dari selulosa saja melainkan ada juga senyawa-senyawa lain yang terkandung di dalamnya sehingga mendapatkan selulosa dari kulit pisang tidak mudah, melainkan melalui proses yang panjang. Selain selulosa, lignin dan hemiselulosa, kulit pisang memiliki kandungan lain ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2 Kandungan Kulit Pisang Kepok

Unsur	Persentase berat (%)
Karbon	21,94
Oksigen	36,08
Besi	3,07
Natrium	1,34
Magnesium	0,28
Alumunium	10,17
Silika	19,95
Kalium	0,49
Kalsium	6,68

(Hariani et al., 2016).

2.4 Katalis

Katalis pertama kali ditemukan oleh J. J. Berzelius pada tahun 1936 sebagai suatu komponen yang mampu mempercepat laju reaksi kimia tanpa ikut bereaksi. Katalis mampu meningkatkan kecepatan suatu reaksi, sehingga cepat mencapai kesetimbangan reaksi tanpa terlibat dalam reaksi secara permanen. Katalis dapat menyediakan situs aktif yang berfungsi untuk menggabungkan reaktan dan mendonorkan energi pada kondisi panas sehingga molekul dari pereaktan lebih mudah melewati energi aktivasi.

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi kemampuan katalis dalam mempercepat suatu reaksi, terdiri dari sifat fisika dan kimia katalis seperti temperatur, tekanan, waktu, serta laju alir. Selain itu, perbedaan dalam metode preparasi katalis juga dapat mempengaruhi aktivitas dan selektivitas yang berbeda. Sifat-sifat katalis secara umum sebagai berikut:

2.4.1 Aktivitas

Katalis pada umumnya harus memiliki kemampuan untuk dapat bereaksi secara aktif yang dibuktikan oleh hasil kerja dari katalis pada suatu reaktan membentuk suatu produk baru yang diharapkan. Katalis yang memiliki aktivitas baik ditandai dengan terjadinya kesetimbangan reaksi dengan waktu yang singkat.

2.4.2 Stabilitas

Katalis harus memiliki stabilitas yang baik dalam menangani kontaminasi zat lain atau racun yang mengakibatkan kinerja dari katalis yang kurang baik. Stabilitas katalis tentunya akan mempengaruhi produk yang dihasilkan dari reaksi yang terjadi.

2.4.3 Waktu Hidup

Katalis harus mempunyai kemampuan untuk bertahan pada tingkat yang sesuai dengan kinerja dari katalis yang diinginkan dipengaruhi oleh aktivitas katalis tersebut.

2.4.4 Selektivitas

Katalis mampu mempercepat reaksi pada pembentukan suatu produk tertentu. Oleh karena itu, selektivitas diperlukan dalam pemilihan material yang tepat untuk memperoleh hasil yang optimal. Pemilihan material yang kurang tepat dapat menyebabkan proses dan produk yang dihasilkan kurang efisien. Katalis yang memiliki selektivitas yang baik ditandai dengan kemampuan katalis dalam meningkatkan jumlah produk yang diinginkan.

2.4.5 Kekuatan Mekanik

Katalis harus memiliki kemampuan untuk dapat digunakan dalam kondisi apapun, meskipun dalam tekanan dan temperatur tinggi.

2.4.6 Regenerasi

Katalis harus mempunyai sifat mudah diregenarasi. Sifat ini akan memberi kemudahan dalam meminimalkan setiap yang terjadi saat bereaksi (Clark, 2001).

Katalis yang terdiri pada fase yang sama dengan reaktan disebut sebagai katalis homogen. Sedangkan katalis heterogen, terdiri dari fase yang berbeda dengan reaktan. Biasanya katalis heterogen merupakan padatan yang memiliki interaksi permukaan padat-gas atau padat-cair. Penggunaan katalis heterogen saat ini telah banyak diterapkan karena mempunyai selektivitas produk yang diinginkan dapat ditingkatkan, ditandai keberadaan pori pada katalis situs aktif yang dapat dimodifikasi oleh struktur padatan dan katalis heterogen dapat dipisahkan dari produk serta dapat digunakan kembali.

2.5 Nanokomposit

Nanokomposit adalah material padat multi fasa yang umumnya terbentuk dengan menyisipkan nanopartikel ke dalam sebuah material makroskopik atau kombinasi dua atau lebih material yang memiliki fasa satu, dua atau tiga dimensi berukuran skala nanometer yang berulang pada jarak antar bentuk penyusun struktur yang berbeda. Secara umum, komposit terbagi menjadi 2 bagian utama yaitu fase kontinu (matriks) dan fase diskontinu (penguat). Fase kontinu atau matriks berperan sebagai perekat atau pengikat dan pelindung seperti yang umum digunakan yaitu polimer, metal keramik, dan lain-lain. Fase diskontinu atau penguat adalah berupa serat atau partikel yang dijadikan sebagai penguat matriks. Penguat yang umum digunakan yaitu kaca, karbon, aramid, keramik alami dan kevlar.

Partikel berukuran nano memiliki luas permukaan dengan interaksi yang besar. Banyaknya partikel yang berinteraksi akan membuat material semakin kuat, yang menjadikan ikatan antar partikel semakin kuat sehingga sifat mekanik material bertambah. Namun, penambahan partikel nano tidak selalu meningkatkan sifat mekaniknya. Terdapat batas tertentu dimana saat dilakukan penambahan, kekuatan material akan semakin berkurang. Meskipun pada umumnya material

komposit menunjukkan perbedaan sifat mekanik, listrik, optik, elektrokimia, katalis dan struktur dibanding dengan material penyusunnya.

2.6 Tongkol Jagung

Jagung adalah salah satu hasil pertanian di Indonesia. Berdasarkan data Dinas Ketahanan dan Holtikultura (2021) produksi jagung di Provinsi Lampung pada tahun 2019 mencapai 2.374.350 ton. Seiring peningkatan produksi jagung maka limbah tongkol jagung juga akan melimpah di Indonesia. Limbah tongkol jagung yang melimpah dari hasil pertanian jagung menjadikan tongkol jagung sebagai limbah lignoselulosik (Sina *et al.*, 2020). Limbah tongkol jagung menjadi permasalahan bagi masyarakat Indonesia karena limbah tersebut belum dimanfaatkan secara optimal. Oleh karena itu, diperlukan kajian yang komprehensif untuk memaksimalkan fungsi dari limbah tongkol jagung tersebut. Upaya ini penting dilakukan karena limbah tongkol jagung memiliki potensi yang sangat baik untuk dikembangkan menjadi bahan berteknologi terbarukan dan pada akhirnya dapat meningkatkan nilai ekonomis limbah tersebut. Limbah tongkol jagung ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3 Limbah Tongkol Jagung

Yuwita *et al.* (2020), melaporkan bahwa tongkol jagung mengandung molekul organik berupa selulosa dan lignin yang dapat menghasilkan karbon (C) dalam

bentuk arang bila mengalami perlakuan panas. Adanya karbon pada arang tongkol jagung merupakan hasil dekomposisi bahan organik yang meninggalkan ikatan karbon aromatik. Jika dilihat dari ikatan karbon yang ada, hasil dekomposisi sangat menarik untuk dipelajari pembentukan fasanya karena memiliki ikatan karbon aromatik, yaitu ikatan berbentuk cincin datar yang menjadi basis grafit. Komposisi kimia arang tongkol jagung yang tanpa dan diberi perlakuan pemanasan ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3 Komposisi Kimia Limbah Tongkol Jagung

Vomnonon	Serbuk Tongkol jagung (%)	
Komponen	Tanpa Pemanasan	Pemanasan (400°C)
Karbon (C)	71,11	61,95
Oksigen (O ₂)	22,30	30,81
Kalium (K)	1,69	1,57
Silika (Si)	1,44	2,44

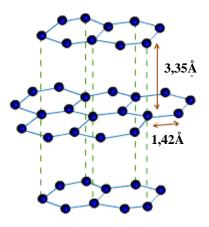
(Yuwita et al., 2020)

Namun, studi tentang fasa karbon yang terbentuk pada setiap proses karbonisasi untuk membentuk fasa grafit dan derajat kristalinitasnya belum banyak dilaporkan. Oleh karena itu, penelitian ini mengkaji struktur dan pembentukan fasa karbon dari serbuk tongkol jagung.

2.7 Grafit

Abraham Gottlob Wemer (1789) pertama kali memperkenalkan grafit merupakan material yang tersusun oleh banyak lembaran Grafena. Grafit tersusun dari atom karbon yang terikat satu sama lain dengan jumlah yang banyak membentuk struktur kristal heksagonal. Grafit memiliki struktur lapisan yang terdiri atas cincin atom karbon yang beranggotakan 6 atom serupa dengan benzena yang terkondensasi tanpa adanya atom hidrogen. Jarak antar atom karbon dalam lapisan berkisar pada 1,42 Å, memiliki ikatan rangkap, perputaran seperti senyawa aromatik, serta memiliki jarak antar lapisan berkisar 3,35 Å dengan ikatan yang lemah yakni *Van der Waals*. Lapisan-lapisan pada grafit sangat mudah saling menggelincir apabila dikenai gaya. Grafit bersifat semi-logam, memiliki

konduktivitas 10⁻³ Ωcm pararel dengan lapisan dan hantarannya sekitar 100 kali lebih kecil dalam arah gerak lurus lapisan. Struktur material grafit ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4 Struktur Material Grafit

Dalam penelitian ini sintesis grafit dilakukan dengan menggunakan metode catalytic graphitization yang memiliki proses sintesis dapat berlangsung dengan mudah pada suhu relatif rendah serta membutuhkan biaya yang murah. Metode catalytic graphitization dalam prosesnya melibatkan katalis logam transisi untuk meningkatkan kristalinitas karbon saat pembentukan grafit. Proses pembentukan grafit melibatkan reaksi kimia antara karbon dan logam transisi. Pada penelitian ini, logam transisi yang digunakan sebagai katalis grafititasi yaitu logam Fe (*Iron*) dalam senyawa FeCl₃.6H₂O. Selain itu, sumber karbon yang digunakan dengan memanfaatkan arang tongkol jagung sebagai prekursor pembuatan grafit. Reaksi dekomposisi FeCl₃.6H₂O menjadi Fe dapat dilihat pada persamaan berikut:

$FeCl_3 + 2H_2C$	\rightarrow FeOCl.H ₂ O + 2HCl \rightarrow FeOOH + 3HCl	(1)
FeOOH	\rightarrow Fe ₂ O ₃ + H ₂ O	(2)
$Fe_2O_3 + C$	\rightarrow 4Fe ₃ O ₄ + CO ₂	(3)
$2Fe_2O_3 + 3C$	\rightarrow 4Fe + 2CO ₂	(4)
$Fe_3O_4 + 2C$	\rightarrow 3Fe + 2CO ₂	(5)

2.8 Grafena Oksida

Grafena oksida (GO) merupakan modifikasi preparasi grafena secara kimia dengan proses oksidasi dan eksfoliasi yang disertai dengan modifikasi oksidatif pada bidang basal. Grafena oksida tersusun atas lapisan tunggal yang tersusun atas

oksigen yang tinggi pada grafena dengan perbandingan atom C/O kurang dari 3,0 dan mendekati 2,0. Oleh karena itu, grafena oksida sering digunakan untuk direduksi secara kimia maupun elektrokimia (Li, 2014). Struktur grafena oksida ditunjukkan pada Gambar 5.

Gambar 5 Struktur Grafena Oksida (Dreyer et al., 2014)

Sifat unik dari Grafena Oksida (GO) yaitu dapat tereduksi menjadi grafena, dengan pemindahan atau eliminasi gugus oksigen, dimana diperolehnya kembali struktur grafena melalui penghubungan struktur. Reduksi lapisan GO pada umumnya mempertimbangkan metode kimia untuk memperoleh grafena. Sasaran langsung yang ingin dicapai dari reduksi ini menghasilkan material grafena hampir serupa dengan grafena murni yang diperoleh melalui pengelupasan mekanik langsung metode (*Scotch Tape*) dari grafit, baik kesamaan dalam struktur maupun sifat (Pei dan Cheng, 2012).

Sintesis GO melibatkan oksidasi grafit menggunakan reagen pengoksidasi kuat. Oksidasi grafit secara kimia merupakan metode yang menggunakan asam pekat (HNO₃, H₂PO₄ dan H₂SO₄) dan agen pengoksidasi kuat (KMnO₄) dan KClO₄). Disamping itu, metode oksidasi biasanya membutuhkan beberapa tahapan dan pengendalian suhu oksidasi untuk membuat Grafena. Salah satu metode sintesis yang melibatkan oksidasi kimia yaitu metode Hummer. Metode Hummer adalah metode oksidasi secara kimia dengan cara mencampurkan serbuk grafit ke dalam

larutan asam sulfat (Hidayat *et al.*, 2019). Reaksi pembentukan grafena oksida dari material grafit ditunjukkan pada Gambar 6.

Grafit
$$\begin{array}{c|c} & & & & & \\ & & & & \\ \hline KMnO_4 & & & \\ H_2SO_4 & & & \\ \hline R_2 & & & \\ \hline R_3 & & & \\ \hline \end{array}$$

Gambar 6 Reaksi Pembentukan Grafena Oksida (Dreyer et al., 2014)

2.9 Sinar Ultraviolet (UV)

Sinar Ultraviolet (UV) adalah bagian dari gelombang elektromagnetik sinar UV yang dikenal juga dengan sinar ultra-lembayung. Sinar UV merupakan sinar yang dapat diperoleh dari cahaya matahari meskipun memiliki jumlah yang relatif kecil dibanding dengan sinar cahaya tampak. Radiasi UV adalah radiasi elektromagnetik terhadap panjang gelombang yang lebih pendek dari sinar tampak, dan lebih panjang dari sinar X, berkisar antara 400-10 nm (Masschelein dan Rice, 2002). Belakangan ini aplikasi radiasi sinar UV berkembang pesat dalam dunia industri pangan, dan minuman, dikarenakan semakin murahnya harga lampu UV dan mudah diperoleh, bahkan sudah tersedia unit skala rumah tangga khususnya untuk pengolahan air minum.

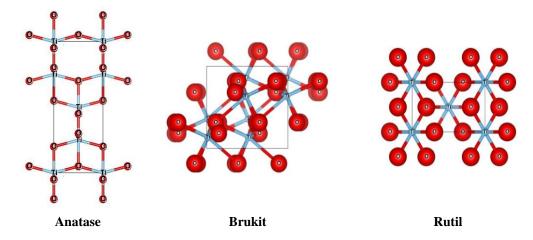
Sinar UV dapat diklasifikasikan menjadi 3 yaitu UV-A (λ = 400-300 nm), UV-B (λ = 315-280 nm) dan UV- C (λ = 280-100 nm). Semua jenis panjang gelombang sinar UV disebut gelombang *actinic*, juga dikenal sebagai gelombang kimia, bertentangan dengan frekuensi gelombang *thermic* yang lebih tinggi. *Actenic* melibatkan gelombang energi yang dapat mempengaruhi langsung perubahan kimia dalam radiasi molekul. Secara dasar terdapat dua mekanisme yang terjadi yaitu difusi (penyebaran) dan penyerapan. Difusi lebih banyak berkaitan dengan panjang gelombang pendek, seperti penyerapan dengan nitrogen dan oksigen yang akan menghilangkan semua vakum UV. Ketika oksigen menyerap panjang gelombang dibawah 200 nm menghasilkan ozon, sedangkan ozon sendiri

mengalami penyerapan dalam fotolisis dengan kisaran panjang gelombang 220-300 nm (Masschelein dan Rice, 2002).

2.10 Titanium Dioksida

Titanium dioksida atau lebih dikenal Titania dengan rumus kimia TiO₂ adalah material semikonduktor ramah lingkungan yang memiliki aktivitas fotokatalisis yang baik (Linsebigler *et al.*, 1995). Titanium dioksida telah banyak diteliti secara luas sebagai bahan fungsional yang paling menjanjikan dan diterapkan pada banyak bidang, seperti fotokatalis, sel surya, fotosintesis, dan lain-lain. Selain itu, TiO₂ pada bidang katalis dan lingkungan banyak diteliti karena memiliki beberapa keunggulan diantaranya memiliki sifat optik yang baik, tidak beracun, harga relatif murah, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, semikonduktor dengan *band gap* yang lebar, tidak larut dalam air, memiliki permukaan yang luas, stabilitas mekanik dan termal yang tinggi dan bersifat ramah lingkungan (Sucahya *et al.*, 2016).

Aktivitas TiO₂ sebagai fotokatalis memiliki kelemahan dalam penyerapan cahaya yang terbatas. Titanium dioksida bersifat responsif terhadap sinar UV dengan panjang gelombang di bawah 387 nm karena memiliki celah pita yang lebar sehingga saat fotokatalisis berlangsung akan terjadi rekombinasi elektron (Santoso *et al.*, 2019). Kelemahan titanium dioksida dapat diatasi dengan menggabungkan titanium oksida dengan material lain. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ye dan Ohmori (2002), dilaporkan bahwa material TiO₂-Fe₃O₄ terdiri atas fase TiO₂ anatas, TiO₂ rutil, Fe₃O₄ dan FeTiO₃ dengan kandungan TiO₂ anatas diperkirakan mencapai 4% dimana lebih rendah dibandingkan dengan TiO₂ yang telah dilapis mencapai 8-15%. Upaya pelapisan material Fe₃O₄ pada TiO₂ mampu meningkatkan aktivitas katalitik dalam menguraikan asetaldehida dibawah sinar ultraviolet. Titanium dioksida memiliki tiga bentuk kristal, yaitu rutil, anatas, dan brukit dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7 Bentuk Kristal TiO₂

Bentuk kristal tersebut dibuat dengan menggunakan Software VESTA berdasarkan data *Inorganic Crystal Structure Databese* (ICSD) dengan sumber: https://icsd.kisti.re.kr. Dari ketiga bentruk kristal, umumnya antara bentuk kristal rutil dan anatas dengan struktur tetragonal yang secara termodinamika fase anatas lebih stabil dibandingkan fase rutil. Titanium dioksida anatas dalam material yang paling baik digunakan sebagai fotokatalis dengan sinar UV, karena dapat menyerap sinar UV yang kelimpahannya sedikit di alam. Oleh karena itu, penggunaan titanium dioksida anatas perlu diefesiensikan penggunaannya sebagai fotokatalis dalam pengolahan limbah yang membutuhkan energi yang cukup.

Dalam penelitian ini, sintesis TiO₂ dilakukan menggunakan metode sol gel dengan prekursor titanium (IV) isopropoksida (TTIP) yang merupakan senyawa sangat sensitif dan sangat cepat mengalami hidrolisis. Reaksi hidrolisis ini dapat terjadi karena adanya serangan atom oksigen dari molekul air, sehingga gugus (-OR) pada prekusor digantikan dengan gugus hidroksil (-OH) seperti ditunjukkan pada persamaan berikut:

$Ti(OR)_4 + H_2O \longrightarrow$	$(HO)Ti(OR)_3 + R-OH$ ((1)
$(OH)Ti(OR)_3 + H_2O \rightarrow$	$(HO)_2 Ti(OR)_2 + R-OH$ (2)	2)
$(HO)_2Ti(OR)_2 + H_2O \rightarrow$	$(HO)_3Ti(OR) + R-OH$ ((3)
$(HO)_3Ti(OR) + H_2O \rightarrow$	$Ti(OH)_4 + R-OH$	4)

2.11 Gula Alkohol

Gula alkohol adalah senyawa organik yang berasal dari gula terdiri atas *polyhidric alcohols* (poliol). Gula alkohol merupakan hasil reduksi dari glukosa berupa monosakarida dan disakarida dimana semua atom oksigen dalam molekul gula alkohol yang sederhana terdapat dalam bentuk kelompok hidroksil. Gula alkohol memiliki rumus kimia HOCH₂(CHOH)_nCH₂OH dengan struktur nonsiklik yang sebagian besar memiliki lima sampai enam rantai karbon, karena mereka berasal dari pentosa (5C) dan heksosa (6C). Gula alkohol dapat diperoleh secara alami dari beberapa tanaman yang dikonversi melalui proses kimia, seperti dengan konversi glukosa dan manosa dengan menggunakan katalis menghasilkan manosa dan sorbitol. Konversi katalitik selulosa menjadi gula alkohol ditunjukkan pada Gambar 8.

Gambar 8 Konversi Katalitik Selulosa menjadi Gula Alkohol (Fukuoka dan Dhepe, 2006)

2.11.1 Sorbitol

Sorbitol adalah golongan gula alkohol yang memiliki rumus molekul $C_6H_{14}O_6$ yang memiliki berat molekul 182,17 g/mol. Sorbitol memiliki sifat fisik kristal berwarna putih, bersifat nonkarsinogenik, tidak dapat larut dalam air, bersifat kurang reaktif karena tidak memiliki gugus karbonil di rantainya dan memiliki kadar kemanisan 60% dari gula meja (sukrosa). Sorbitol banyak digunakan sebagai pemanis pengganti gula karena bahan dasarnya mudah diperoleh dan harganya relatif murah. Struktur sorbitol ditunjukkan pada Gambar 9.

Gambar 9 Struktur Sorbitol (Awuchi, 2017)

Konversi selulosa menjadi gula alkohol sorbitol dilakukan melalui 2 tahap, yaitu hidrolisis selulosa menjadi glukosa dan proses hidrogenasi glukosa menjadi sorbitol menggunakan katalis dibawah tekanan tinggi, mekanisme reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 8.

2.11.2 Manitol

Manitol adalah gula alkohol yang tersusun dari enam rantai karbon membentuk rumus molekul C₆H₈(OH)₆ dengan berat molekul 182 g/mol. Manitol merupakan gula alkohol non-metabolik yang banyak ditemukan pada ganggang laut, jamur segar, dan dalam eksudat dari pohon. Manitol memiliki tingkat kemanisan 0,5 – 0,7 kali dari tingkat kemanisan sukrosa dengan nilai kalori yang dimiliki sebesar 1,6 kkal/g. Manitol memiliki titik didih 295 °C dengan titik lebur 165 – 169 °C serta kelarutan 22 g/100 mL air pada suhu ruang. Manitol tidak memiliki sifat sebagai pereduksi karena tidak memiliki gugus aldehid. Manitol juga digunakan untuk pembuatan tablet kunyah serta granulasi serbuk sebagai eksipien. Manitol dapat diperoleh dari bahan baku seperti selulosa, fruktosa, sukrosa, glukosa dan sirup glukosa serta fruktosa melalui proses reduksi manosa dengan mengubah

gugus aldehid pada C1 menjadi gugus CH₂OH. Struktur manitol ditunjukkan pada Gambar 10.

Gambar 10 Struktur Manitol (Awuchi, 2017)

Manitol dapat diperoleh melalui proses kimia dengan hidrogenasi katalitik dari glukosa, fruktosa, sukrosa atau sirup glukosa-fruktosa. Hidrogenasi fruktosa di atas katalis berbasis nikel memberikan hasil manitol antara 48-50% dan produk lainnya adalah sorbitol (Kuusisto *et al.*, 2005). Reaksi konversi selulosa menjadi manitol dapat dilihat pada Gambar 8.

2.11.3 Xilitol

Xilitol merupakan golongan gula alkohol yang tersusun atas lima rantai karbon membentuk rumus molekul C₅H₁₂O₅ yang memiliki berat molekul 152,15 g/mol. Xilitol berupa serbuk kristal berwarna putih, tidak berbau yang memiliki titik lebur 92–96 °C serta titik didih 126 °C dengan densitas 1,52 g/cm³. Xilitol banyak ditemukan pada buah-buahan dan sayuran seperti strawberry, wortel, bayam, selada dan bunga kol. Xilitol memiliki kemanisan yang hampir sama dengan sukrosa yaitu 0,8 – 1.0, namun lebih tinggi bila dibandingkan dengan sorbitol dan manitol. Xilitol memiliki nilai kalori 2,4 kalori/g dibandingkan dengan sukrosa 4 kalori/g. Gula alkohol ini sering digunakan sebagai pengganti gula pada industri pangan seperti coklat, es krim, permen, selai, jus dan roti. Struktur xilitol ditunjukkan pada Gambar 11.

Gambar 11 Struktur Xilitol (Awuchi, 2017)

Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan, xilitol dapat dikonversi dari biomassa khususnya hemiselulosa dengan proses hidrolisis memperoleh xilosa dan arabinosa yang kemudian di hidrogenasi menjadi xilitol dengan mekanisme reaksi pada Gambar 8 (Fengel dan Wegener, 1995).

2.12 Metode Preparasi Katalis

2.12.1 Metode Sol Gel

Sol gel adalah salah satu metode yang banyak digunakan dalam pembuatan material anorganik melalui proses reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu yang relatif rendah. Proses sol gel merupakan metode yang memiliki banyak tahap melibatkan proses fisika dan kimia yang terdiri atas hidrolisis, polimerisasi, pembentukan gel, kondensasi, pengeringan dan densifikasi. Proses itu akan terjadi dengan mencampurkan prekursor logam atau garam ke dalam pelarutnya seperti air atau pelarut organik dibawah kondisi suhu. Dalam proses sol gel, kontrol pH penting untuk diamati dalam pembentukan endapan yang akan menghasilkan gel yang homogen dengan penambahan zat aditif berupa larutan asam ataupun larutan basa. Gel yang terbentuk akan dipanaskan atau dikeringkan untuk menghilangkan komponen organik, air, dan komponen lainnya sehingga diperoleh material bubuk.

Prinsip dasar sol gel didasarkan pada pembentukan larutan prekursor dari senyawa yang diharapkan dengan menggunakan pelarut organik, terjadinya polimerisasi larutan membentuk suatu gel dan pengeringan untuk menghilangkan pelarut organik menghasilkan material anorganik berupa oksida. Metode sol gel banyak digunakan dalam bidang pembuatan komposit, keramik, polimer, lensa kontak, dan serat (fiber) yang mampu menghasilkan material halus, seragam, homogen dan memiliki kemurnian yang tinggi (Elma, 2016).

2.12.2 Metode Impregnasi

Impregnasi adalah suatu metode yang bertujuan untuk mengisi pori-pori penyangga dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam. Dalam hal ini, penyangga memiliki fungsi sebagai penyedia permukaan yang luas agar lebih mudah menebarkan situs aktif, sehingga permukaan kontaknya lebih luas dan efisien.

2.12.3 Sonikasi (Ultrasonik)

Sonikasi atau Ultrasonikasi merupakan metode sintesis dalam proses eksfoliasi atau pengelupasan lembaran grafena dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik. Sonikasi menjadi alternatif yang banyak digunakan untuk mendapatkan grafena kualitas tinggi, secara umum pembuatan grafena merupakan langkah yang mudah. Salah satu contohnya yaitu pada saat grafit ditambahkan kedalam campuran asam organik yang dilarutkan dengan air ataupun alkohol, lalu campuran akan dikenai gelombang ultrasonik. Asam bekerja sebagai *molecular wedge* yang akan memisahkan lembaran grafena dari grafit (An *et al.*, 2010).

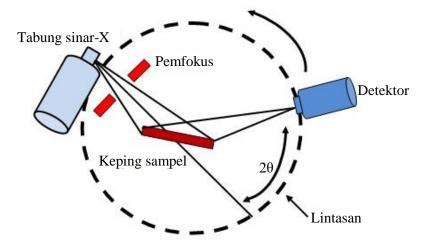
Penggunaan gelombang ultrasonik dibagi menjadi dua bagian. Pertama, suara beramplitudo rendah (frekuensi lebih tinggi) yang secara umum digunakan untuk analisis pengukuran kecepatan dan koefisien penyerapan gelombang pada rentang 2-10 kHz. Kedua, gelombang berenergi tinggi dan terletak pada frekuensi 20-100 kHz yang digunakan untuk pembersihan, pembentukan plastik, dan modifikasi bahan-bahan organik maupun anorganik. Ultrasonik frekuensi 20-100 kHz diketahui memiliki efek signifikan dalam mempercepat berbagai proses kimia dan fisika. Efek penggunaan ultrasonik dalam proses pembersihan (*cleaning*), ekstraksi atau pemurnian suatu senyawa adalah waktu proses lebih singkat dan peningkatan kualitas produk (Chemat *et al.*, 2011).

2.13 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis dilakukan meliputi sifat fisik dan kimia. Karakteristik fisik antara lain adalah luas permukaan, volume pori, diameter pori, dan distribusi logam. Karakterisasi secara kimia diantaranya untuk mengetahui jumlah kandungan logam, keasaman, kristalinitas dan ikatan kimia. Beberapa karakterisasi dari penelitian ini dilakukan berdasarkan sifat kimia diantaranya kristalinitas dan keasaman dari katalis.

2.13.1 Penentuan Fasa Kristalin dan Ukuran Partikel

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X atau lebih dikenal dengan XRD. Difraksi sinar-X adalah salah satu metode karakterisasi yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa suatu material serta menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu material dengan cara menentukan parameter kisi. Prinsip kerja XRD yaitu difraksi gelombang sinar-X mengalami penghamburan setelah terjadinya tumbukan dengan kristal atom. Pola kristal yang diperoleh mempresentasikan struktur kristal yang dapat menentukan parameter kisi, ukuran kristal, dan identifikasi fasa kristalin. Dalam bentuk kristal partikel tersusun dengan pola geometrik tertentu yang teratur secara tiga dimensi. Penampakan tiga dimensi suatu bahan bukan amorf akan ditunjukkan berdasarkan pengulangan lapisan permukaan atom yang membentuk kisi kristal (Ayyad, 2011). Skema alat XRD ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12 Skema Alat XRD

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, maka sebagian sinar-X akan 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. Pola difaraksi yang diperoleh akan menghasilkan pola pembiasan yang sama seperti pola difraksi cahaya pada permukaan air. Pola akan diplotkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan indeks miller (hkl) atau tata letak

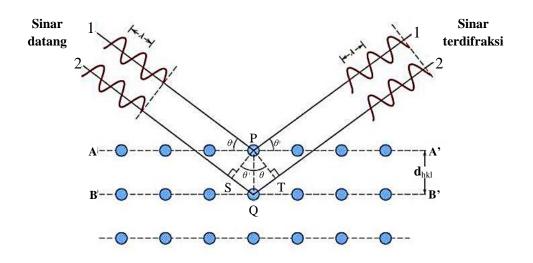
parameter kisi kristal sebagai fungsi 2θ, sehingga jarak antar atom pada lapisan kristal (d) dapat ditentukan dengan dasar hukum Bragg:

$$\lambda = 2 d \sin \theta \tag{2.1}$$

Keterangan:

 λ = panjang gelombang yang diperoleh katoda (seperti Cu K α = 1,5414 Å) θ = sudut difraksi sinar-X terhadap permukaan kristal (Kinasih dan Nurhasanah, 2020).

Dari persamaan Bragg, apabila seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal akan membiaskan sinar-X yang mempunyai panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor sebagai terjemahan dari sebuah puncak difraksi. Puncak-puncak yang diperoleh berdasarkan data pengukuran disesuaikan dengan standar difraksi sinar-X pada hampir semua material yang disebut dengan standar JCPDS. Proses terjadinya pembentukan puncak difraksi pada XRD ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13 Ilustrasi Difraksi Sinar-X pada XRD

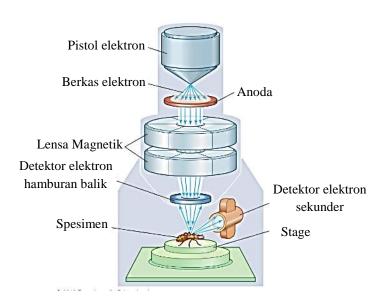
Salah satu metode yang banyak digunakan untuk menganalisis ukuran kristal adalah metode *Schrerrer*. Metode *Scherrer* digunakan untuk memprediksi ukuran kristalin dalam material berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X. Untuk partikel berukuran nano, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristalinitas. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan

metode *Schrerrer* juga merupakan ukuran partikel. Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristalinitas maka puncak difraksi yang dihasilkan semakin lebar (Kinasih dan Nurhasanah, 2020).

2.13.2 Analisis Morfologi Permukaan Katalis

Analisis morfologi permukaan dilakukan menggunakan instrumentasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Metode SEM digunakan untuk menganalisis permukaan atau lapisan pada suatu objek padat. Instrumentasi SEM merupakan jenis mikroskop elektron yang melibatkan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari sampel dengan perbesaran mencapai 3.000.000x dan memiliki resolusi yang tinggi. Resolusi yang dapat diperoleh pada analisis SEM mencapai kisaran 1-10 nm.

Prinsip kerja dari SEM yaitu sebuah pistol elektron akan menghasilkan sinar elektron dan dipercepat oleh anoda, kemudian lensa magnetik memfokuskan elektron menuju sampel. Sinar elektron yang telah difokuskan memindai keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai. Saat elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).



Gambar 14 Prinsip Kerja SEM (Pambudi *et al.*, 2017)

2.13.3 Analisis Gugus Fungsi Katalis

Analisis gugus fungsi katalis dilakukan dengan menggunakan instrumentasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). FTIR adalah suatu metode yang berfungsi untuk mengamati interaksi antar atom-atom dalam molekul berdasarkan perubahan vibrasi yang terbentuk saat sampel teradsorpsi pada energi tertentu yang dilewati oleh sinar inframerah (Ayyad, 2011). Sinar inframerah berada pada jangkauan bilangan gelombang 4000 – 400 cm⁻¹ sebagai daerah khusus yang berfungsi mengidentifikasi gugus fungsi.

Prinsip dasar analisis FTIR yaitu getaran atom pada suatu molekul yang hanya menyerap frekuensi dan energi tertentu dari radiasi inframerah. Molekul dapat dideteksi dan dikelompokkan oleh FTIR karena molekul-molekul yang berbeda memiliki spektrum inframerah yang berbeda. Spektrofotometer FTIR pada dasarnya menggunakan interferometer dalam mengukur energi yang ditransmisikan ke sampel. Radiasi inframerah yang dipancarkan mencapai interferometer kemudian akan terjadi pengkodean spektral sinyal. Sinyal yang diperoleh ditransmisikan melalui atau memantul dari permukaan sampel, dimana panjang gelombang energi tertentu diserap. Kemudian sinar akan melewati detektor dan diproses menggunakan komputer untuk memperoleh spektrum.

2.13.4 Analisis Energi *Band-Gap* Katalis

Analisis energi *Band-Gap* dilakukan dengan menggunakan instrumentasi *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS). DRS merupakan instrumen yang digunakan untuk menentukan nilai celah pita energi (*band-gap*) pada suatu material semikonduktor. Energi *band gap* merupakan besar energi yang diperlukan untuk memindahkan elektron dari pita valensi ke pita konduktansi dan menjadi salah satu informasi yang diperlukan untuk mengetahui kemampuan bahan dijadikan sebagai fotokatalis.

Hasil analisis yang didapatkan dengan menggunakan metode ini adalah data berupa spektrum yang menggambarkan hubungan antara absorbansi sampel dengan panjang gelombang serta hubungan persentase reflektan dengan panjang gelombang. Dalam penentuan energi *band gap* pada suatu material, dihubungkan

dengan persamaan *Tauc* (Chantarasupawong *et al.*, 2012). Nilai *band gap* dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$(hv\alpha)l/n = A(hv - Eg)$$
 (2.2)

Keterangan:

h = konstanta Planck's

v = frekuensi vibrasi

A = koefisien absorpsi

Eg = band gap

A = konstanta proposi

Nilai eksponen n bergantung pada jenis transisi yang terjadi.

- Untuk transisi langsung terijinkan, $n = \frac{1}{2}$
- Untuk transisi langsung terlarang, n = 1/3
- Untuk transisi tak langsung terijinkan, n = 2
- Untuk transisi tak langsung terlarang, n = 3

2.13.5 Analisis Luas Permukaan Spesifik (Specific Surface Area)

Analisis luas permukaan spesifik Grafena Oksida dilakukan menggunakan instrumentasi *Brunauer-Emmet-Teller* (BET). BET pertama kali diperkenalkan oleh Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmet, dan Edward Teller yang menjelaskan penyerapan gas oleh permukaan material padat pada kondisi isotermal dan vakum. Besarnya molekul gas yang diserap bergantung pada luas permukaan material padat. Analisis menggunakan BET dalam menentukan luas permukaan suatu material padat meliputi *surface area* (m²/g), diameter pori (dport/cm), dan volume pori (cm³/g).

Prinsip analisis luas permukaan menggunakan BET didasarkan pada adsorpsidesorpsi gas. Pengukuran luas permukaan dengan menggunakan gas (Nitrogen, Helium, dan Argon) berlangsung pada suhu mendekati titik kondensasi gas. Penentuan luas permukaan spesifik dengan mengukur jumlah gas yang terserap oleh material padat pada tekanan dalam keadaan isotermal. Gas yang digunakan harus bersifat inert seperti Nitrogen dan Argon. Luas permukaan spesifik dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$S = \frac{Vm \cdot NA \cdot Am}{Mv}$$
 (2.3)

Keterangan:

S : Luas Permukaan

V_m : Kapasitas monolayer

N_A : Bilangan Avogadro (6,023 x 10²³ molekul/mol)

A_m: Luas Permukaan Adsorbat

M_v : Volume molar gas ideal (22,4 liter/mol)

2.14 Reaksi Fotokatalitik

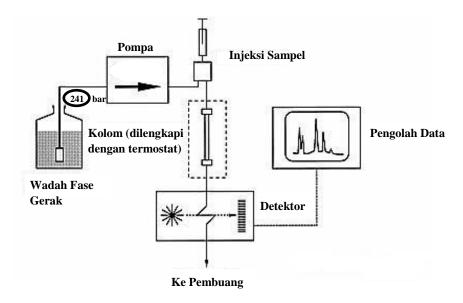
Reaksi fotokatalitik adalah reaksi yang berlangsung dibawah pengaruh cahaya dan katalis secara bersamaan. Katalis dalam proses ini berperan sebagai fotokatalis yang mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik dalam keadaan dasar maupun keadaan tereksitasinya yang bergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut. Katalis yang digunakan harus memiliki kemampuan dalam menyerap energi foton. Secara umum fotokatalitik terbagi menjadi dua, yaitu fotokatalitik homogen dan heterogen. Fotokatalitik homogen adalah reaksi yang berlangsung dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hidrogen proksida. Sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan reaksi yang didasarkan pada irradiasi sinar UV pada semikonduktor.

2.15 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

KCKT atau dikenal juga *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) merupakan salah satu metode kimia dan fisikokimia. KCKT termasuk metode analisis terbaru yaitu teknik kromatografi dengan fasa gerak cairan dan fasa diam cairan atau padat yang bertujuan untuk memisahkan, mengidentifikasi dan mengukur komponen pada suatu campuran. Ciri khas dari instrumen ini adalah penggunaan tinggi dalam mengirim fase gerak ke dalam kolom.

Prinsip dasar dari KCKT adalah pemisahan analit berdasarkan kepolarannya. sedangkan prinsip kerja KCKT yaitu setiap uji sampel akan diinjeksikan ke dalam kolom maka sampel tersebut akan terurai dan terpisah menjadi senyawa-senyawa kimia (analit) sesuai dengan perbedaan afinitasnya. Hasil pemisahan tersebut akan

dideteksi oleh detektor pada panjang gelombang tertentu, hasil yang muncul dari detektor tersebut selanjutnya dicatat oleh recorder yang biasanya dapat ditampilkan menggunakan integrator atau menggunakan personal computer (PC) yang terhubung dengan alat KCKT. Skema alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi ditunjukkan Gambar 15.



Gambar 15 Skema alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada Juni 2022 - Desember 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis struktur kristal menggunakan XRD dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November. Analisis energi *band-gap* menggunakan DRS dan analisis gugus fungsi menggunakan FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis Universitas Indonesia. Analisis morfologi permukaan menggunakan SEM dilakukan di UPT LTSIT Universitas Lampung. Analisis energi *band-gap* menggunakan DRS dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis Universitas Indonesia. Analisis hasil konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol menggunakan HPLC dilakukan di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Cibinong.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah FTIR tipe Shimadzu Prestige 21, XRD tipe Miniflex 600 Rigaku, SEM, DRS UV-Vis tipe Shimadzu UV-2450, HPLC tipe *Pressure Gradien* LC-2030C 3D Shimadzu, alat ultrasonikasi tipe *Bandelin Sonorex Technik, heat magnetic strirrer, freeze dryer* tipe ModulyoD, lampu UV 125 watt merek Solar Glo, oven, *freezer*, neraca digital, alumunium pH meter, sentrifus, mortar agate, desikator, reaktor uji katalitik, termometer, spatula, serta peralatan gelas.

Bahan-bahan yang digunakan adalah kulit pisang kepok, tongkol jagung, akuades, titanium (IV) isopropoksida, 2-propanol, kertas saring, indikator pH, gas

hidrogen, NaOH, H₂SO₄, H₂O₂, KMnO₄, FeCl₂.6H₂O, HCl, NaClO₂, HNO₃, NaNO₃, BaCl.2H₂O, reagen *3,5-dinitrosalicylic acid* (DNS), larutan buffer, akuabides, dan akuades.

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian dilakukan dengan beberapa tahap prosedur yang dimulai dengan ekstraksi selulosa dari kulit pisang kepok, pembuatan nanoselulosa, preparasi grafit dan grafena oksida, sintesis nanokomposit yang dilanjutkan dengan karakterisasinya, konversi nanoselulosa dengan reaksi fotokatalisis serta analisis hasil konversi.

3.3.1 Preparasi Nanoselulosa dan Karakterisasi

Preparasi nanoselulosa dilakukan dengan dua tahap yaitu ekstraksi selulosa dari kulit pisang kepok dan pembuatan nanoselulosa.

3.3.1.1 Ekstraksi Selulosa dari Kulit Pisang Kepok

Ekstraksi selulosa dari kulit pisang kepok dimulai dengan memotong kulit pisang menjadi ukuran lebih kecil, lalu dijemur hingga kering selama 5 hari dibawah sinar matahari. Setelah kulit pisang kering, selanjutnya digiling untuk memperoleh serbuk halus berwarna coklat kehitaman. Serbuk yang diperoleh dimasukkan ke dalam labu bundar sebanyak 50 g dan ditambahkan larutan NaOH 4% hingga tercampur untuk delignifikasi kandungan lignin. Kemudian campuran direfluks selama 2 jam pada suhu 100-120 °C. Setelah itu, hasil refluks disaring dan dicuci dengan akuades sebanyak 4 kali untuk memisahkan lignin dan hemiselulosa yang ditunjukkan dengan adanya warna hitam pada larutan NaOH 4% saat proses pencucian.

Selanjutnya, proses bleaching dilakukan dengan cara memasukkan hasil refluks yang telah dicuci ke dalam labu bundar lalu ditambahkan 400 mL larutan NaClO₂ 5,12% untuk menhilangkan sisa lignin dan hemiselulosa dari proses sebelumnya dan 5 mL larutan buffer pH 5 untuk menjaga kondisi pH. Kemudian direfluks selama 4 jam pada suhu 110-130 °C. Hasil refluks yang

diperoleh kemudian didinginkan dan dicuci dengan akuades hingga endapan selulosa pH netral. Selulosa yang diperoleh kemudian dikeringkan menggunakan *freeze-dryer* selama 24 jam (Situmeang *et al.*, 2019).

3.3.1.2 Pembuatan Nanoselulosa

Nanoselulosa dibuat dengan cara menyiapkan bubuk selulosa sebanyak 10 g dan dimasukkan dalam labu bundar bervolume 1 L dan ditambahkan 200 mL larutan HNO₃ 50%. Campuran tersebut kemudian disonikasi selama 25 jam lalu direfluks selama 45 menit pada suhu 60 °C. Proses selanjutnya yaitu penambahan akuabides sebanyak 200 mL pada larutan yang telah direfluks kemudian didinginkan. Sampel yang sudah didinginkan kemudian disentrifugasi selama 15 menit dengan kecepatan 3500 rpm. Proses pencucian kemudian diulangi menggunakan akuabides hingga pH mendekati 7. Larutan selulosa dikeringkan dengan *freeze dryer*. Kemudian nanoselulosa yang diperoleh disimpan pada suhu 4°C sebelum digunakan (Maranatha, 2018).

3.3.1.3 Analisis Derajat Kristalinitas

Derajat kristalinitas dapat dianalisis dengan menggunakan XRD. Nanoselulosa akan dipindai menggunakan monokromator sumber radiasi Cu-K $_{\alpha}$ (λ = 1,54186 Å) pada sudut 2 θ dari 10-50° dengan *scan step size* 0,02°/menit. Indeks kristalinitas dihitung dengan membandingkan intensitas minimum (I_{am} , 2 θ = 18°) dan intensitas maksimum (I_{002} , 2 θ = 22,5°) menggunakan metode Segal (Fatriasari dkk., 2019) pada persamaan 3.1.

Derajat Kristalinitas =
$$\frac{I_{002}-I_{am}}{I_{002}} x 100$$
 (3.1)

$$\% CrI = \frac{I_{002}}{I_{am} + I_{002}} \times 100$$
 (3.2)

Keterangan:

 I_{002} : material kristalin I_{am} : material amorf

3.3.2 Preparasi nano Grafena Oksida

Preparasi nano grafena oksida terdiri dari beberapa tahap, diantaranya sintesis grafit dari arang tongkol jagung, sintesis grafena oksida menggunakan grafit dan pembuatan nano grafena oksida (nGO).

3.3.2.1 Preparasi Grafit dari Tongkol Jagung

Sintesis Grafit dari arang tongkol jagung dilakukan dengan cara preparasi serbuk tongkol jagung dan karbonisasi. Mula-mula limbah tongkol jagung dicuci hingga bersih, lalu dipotong kecil-kecil dan dijemur dibawah sinar matahari. Setelah itu, limbah tongkol jagung dikeringkan pada suhu 100 °C dalam oven selama 1,5 jam dan dihaluskan untuk memperoleh serbuk. Kemudian serbuk dimasukkan ke dalam *crucible* sebanyak ±40 g dan ditutup, lalu di *furnace* pada suhu 350 °C selama 2 jam dengan *heating rate* 10°C/menit. Setelah itu, arang yang telah diperoleh didinginkan dalam desikator selama 15 menit dan dihaluskan dengan mortar.

Selanjutnya, arang yang telah dihaluskan ditimbang 5 g arang tongkol jagung, lalu dicampurkan dengan 500 mL akuades di dalam gelas kimia 1000 mL dan diaduk menggunakan *heat magnetic stirrer* dengan kecepatan putaran 600 rpm. Selanjutnya, ditambahkan FeCl₃.6H₂O secara perlahan ke dalam larutan dan kecepatan putaran dinaikkan menjadi 900 rpm pada suhu ruang. Lalu ditambahkan larutan HCl 1M ke dalam larutan hingga pH 2. Pengadukan larutan dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 60 °C selama 5 jam. Kemudian, larutan disentrifugasi untuk memisahkan supernatan dari endapan natural grafit.

Selanjutnya, endapan yang didapatkan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Lalu endapan akhir dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C (*overnight*) dan dilanjutkan suhu 110 °C selama 5 jam. Hasil pengeringan berupa serbuk natural grafit didinginkan dalam desikator selama 15 menit, lalu dikarakterisasi dengan XRD sebelum digunakan sebagai bahan baku sintesis grafena oksida (GO).

3.3.2.2 Preparasi Grafena Oksida (GO)

Preparasi grafena oksida (GO) disintesis menggunakan metode Hummer termodifikasi dengan bahan baku grafit yang disintesis sebelumnya. Mula-mula 5 g grafit dan 2,5 g NaNO3 dicampurkan dalam 120 mL H₂SO₄ pekat (95%) yang diaduk menggunakan *heat magnetic stirrer* selama 10 menit dalam penangas es (0°C) bertujuan membuat grafit lebih reaktif sehingga mempermudah proses oksidasi. Setelah itu, secara perlahan ditambahkan 15 g serbuk KMnO₄ untuk mengoksidasi larutan dengan menjaga suhu campuran dibawah 5°C yang diaduk selama 60 menit. Setelah itu, ditambahkan akuades hingga volume suspensi mencapai 400 mL dengan pemanasan hingga suhu 98°C selama 2 jam. Kemudian ditambahkan 15 mL H₂O₂ 30% untuk menghentikan reaksi oksidasi, diaduk selama 5 menit. Larutan yang diperoleh disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 4 jam dan dicuci endapannya dengan larutan HCl 5% dan akuades untuk menghilangkan ion sulfat pada campuran (Gado *et al.*, 2019).

Setelah itu, endapan dicampurkan dalam 450 mL akuades dan disonikasi selama 2 jam. Setelah itu, campuran disentrifugasi pada kecepatan 5000 rpm untuk memisahkan cairan supernatan dan residu berwarna keemasan selama 10 menit. Lalu supernatan disentrifugasi lagi untuk menghilangkan zat tersuspensi. Kemudian endapan diultrasonikasi dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C sampai membentuk nanosheet grafena oksida dan dilakukan analisis menggunakan XRD dan BET.

3.3.3 Preparasi Nanopartikel TiO₂ dan Karakterisasi

Nanopartikel TiO₂ disintesis menggunakan metode sol-gel menggunakan titanium (IV) isopropoksida (TTIP) sebagai prekursor dan Isopropanol serta akuades sebagai pelarut dengan perbandingan masing-masing 2:1:12. Prekursor TTIP disiapkan dalam gelas kimia sebagai laruran 1. Selanjutnya pelarut isopropanol dicampurkan dalam akuades hingga homogen sebagai larutan 2. Selanjutnya secara perlahan, larutan 2 dicampurkan dengan larutan 1 dibawah pengadukan konstan selama 30 menit. Pada keadaan ini terjadi hidrolisis ditandai dengan

terbentuknya larutan berwarna putih. Kemudian, campuran dipeptitasi dengan meneteskan HNO₃ hingga diperoleh kondisi larutan pH 2 dibawah pengadukan selama 1 jam dan dilanjutkan proses peptisasi selama 12 jam pada suhu ruang. Tahap kondensasi terjadi selama proses peptisasi yang mengalami polimerisasi menghasilkan gel putih. Gel berwarna putih yang mengendap dikumpulkan dan dikeringkan pada suhu 110°C hingga terbentuk serbuk, kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam (Qiu dan Kalita, 2006). Hasil yang diperoleh dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal dan DRS UV-Vis mengetahui energi *band gap*.

3.3.4 Pembuatan Nanokomposit nGO/TiO₂

Pembuatan nanokomposit nGO/TiO₂ dilakukan dengan mendispersikan campuran nGO, etanol, dan air deionisasi pada variasi penambahan nanopartikel TiO₂ dengan perbandingan nGO: TiO₂ yaitu (1:0,125), (1:0,25), dan (1:0,5). Lalu disonikasi selama 30 menit untuk menghomogenkan partikel. Setelah itu dispersi diaduk dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 24 jam (*Ramos et al.*, 2020). Nanokomposit yang diperoleh dianalisis menggunakan XRD, FTIR, DRS UV-Vis, dan SEM.

3.3.5 Karakterisasi Nanokomposit nGO/TiO₂

3.3.5.1 Analisis Fasa Kristalin

Analisis fasa kristalin dilakukan menggunakan XRD. Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuKα (1,541862 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. Rentang difraksi diukur (2θ) dalam rentang 10-90°, dengan scan step size 0,01°/menit. Sampel padat diletakkan pada sample holder. Kemudian sumber sinar bergerak mengelilingi sampel sambil menyinari sampel. Sampel akan memantulkan sinar dan ditangkap oleh detektor. Alat perekam merekam intensitas pantulan sinar untuk tiap sudut tertentu. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar file data yang terdapat dalam program *Match Crystal Impact* dan data standar pada

JCPDF. Ukuran partikel dihitung menggunakan persamaan *Scherrer* sebagai berikut:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{3.3}$$

Keterangan:

D = ukuran partikel (nanometer)

k = konstanta (0,9)

 $\lambda = 1,541862 \text{ Å}$

 β = radian (FWHM)

 θ = lebar puncak

3.3.5.2 Analisis Gugus Fungsi Katalis

Analisis gugus fungsi katalis dalam penelitian ini dilakukansecara kualitatif dengan menggunakan spektrofotometer FTIR. Sampel katalis yang telah dianalisis dicampur dengan KBr, dengan perbandingan 1:50 atau 1:100. Kemudian sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi pelet, lalu dimasukkan ke dalam wadah sampel. Setelah itu sampel diukur menggunakan spektrofotometer FTIR pada daerah bilangan gelombang 4000–400 cm⁻¹.

3.3.5.3 Analisis Morfologi Permukaan Katalis

Analisis morfologi permukaan dilakukan menggunakan alat SEM. Sampel nanokomposit dipersiapkan terlebih dahulu dilapisi dengan emas, kemudian sampel dianalisis area. Selanjutnya sinar elektron ditembak mengenai sampel. Setelah sinar elektron mengenai sampel, akan terjadi interaksi yang daapt disajikan dalam sebuah gambar oleh analisis SEM.

3.3.5.4 Analisis band-gap Katalis

Analisis *band*-gap atau celah pita energi yang diperlukan suatu elektron untuk dapat tereksitasi dilakukan menggunakan spektrum DRS UV-Vis yang direkam dengan spektrofotometer Shimadzu UV-3600 diintegrasikan dengan

tabung dengan diameter 15 cm. BaSO₄ digunakan sebagai referensi. Semua sampel yang telah mengandung BaSO₄ (1:50) digunakan untuk perhitungan. Sampel yang digunakan untuk pengukuran berupa bubuk dengan ukuran dibawah 100 mesh.

3.3.6 Uji Aktivitas Nanokomposit nGO/TiO₂ dengan Reaksi Fotokatalitik

3.3.6.1 Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol

Uji aktivitas katalis nGO/TiO₂ pada konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dilakukan dengan melarutkan 0,5 g nanoselulosa ke dalam 100 mL akuades. Selanjutnya ditambahkan 0,1 gram nanokomposit nGO/TiO₂ pada larutan nanoselulosa dan dialirkan gas hidrogen dengan laju 10 mL/menit. Kemudian dipaparkan dengan lampu sinar UV (60 Watt) dengan rentang jarak posisi 10-15 cm pada permukaan reaktor.

Proses irradiasi sinar UV dalam konversi nanoselulosa diberi variasi waktu yaitu 60, 120, 180, 240, dan 300 menit. Perlakuan yang sama dilakukan pada larutan blanko menggunakan dua larutan nanoselulosa. Dilakukan konversi nanoselulosa tanpa penambahan katalis dan irradiasi sinar UV dan konversi nanoselulosa dengan penambahan nanokomposit nGO/TiO₂ dibawah irradiasi sinar UV. Dari perlakuan tersebut, hasil konversi nanoselulosa dilakukan analisis secara kuantatif menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dan KCKT.

3.3.6.2 Analisis Kuantitatif Hasil Konversi

Konversi Analisis kuantitatif untuk hasil konversi dilakukan menggunakan reagen 3,5-dinitrosalicylic acid (DNS) dan diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Sebanyak 1 mL sampel hasil konversi dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 1 mL reagen DNS dan dipanaskan dalam penangas air pada suhu 100°C selama 10 menit. Lalu didinginkan dan diencerkan menggunakan akuades sebanyak 2 mL. Kemudian diukur serapan dari larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm dan ditentukan kadar glukosa menggunakan kurva standar glukosa.

3.3.6.3 Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Hasil konversi nanoselulosa dianalisis menggunakan instrumen KCKT untuk mengetahui adanya kandungan gula alkohol, seperti sorbitol, manitol, dan xilitol, dari aktivitas katalitik nanokomposit pada nanoselulosa. Pada instrumen KCKT, fasa gerak yang digunakan merupakan campuran asetonitril dan akuabides, kolom yang digunakan adalah kolom *Carbohydrate High Performance* (4,6 x 250 mm) dan detektor indeks refraksi. Laju alir yang digunakan adalah 10 mL/ menit.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

- 1. Penelitian ini berhasil memperoleh nanoselulosa fasa amorf yang dominan dengan indeks kristalinitas 26,06% dan ukuran partikel sebesar 13,5 nm.
- 2. Penelitian ini mampu memperoleh grafena oksida berukuran nano yang dipreparasi menggunakan metode Hummer termodifikasi dengan ukuran partikel sebesar 13,37 nm.
- 3. Nanokomposit nGO/TiO₂ berhasil dipreparasi menggunakan metode impregnasi dan sonokasi dengan perbandingan massa 1/0,125; 1/0,25 dan 1/0,5 yang memiliki ukuran partikel secara berturut-turut 14,5 nm, 19,3 nm dan 46,3 nm dengan energi *band gap* sebesar 1,50 eV, 1,86 eV dan 1,94 eV yang menunjukkan bahwa nanokomposit mampu bekerja di bawah irradiasi sinar UV dan tampak.
- 4. Hasil analisis menggunakan SEM pada nanokomposit GT0,5 menunjukkan bahwa morfologi permukaan terdistribusi tidak homogen dan terjadi aglomerasi.
- 5. Hasil analisis HPLC larutan konversi menggunakan nanokomposit variasi GT0,5 dengan waktu konversi 60 menit menunjukkan bahwa nanokomposit nGO/TiO₂ mampu menghasilkan gula alkohol sorbitol dengan konsentrasi 21 ppm, namun tidak mampu menghasilkan gula alkohol manitol dan xilitol.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk:

- Pembuatan nanoselulosa dan katalis memerlukan pengembangan metode pemisahan antara endapan dan pelarut dengan menggunakan sentrifugasi sehingga dapat diperoleh rendemen yang optimal.
- 2. Memastikan tekanan dan aliran gas hidrogen tetap stabil selama proses konversi berlangsung.
- 3. Larutan hasil konversi dilakukan pemekatan pada suhu rendah agar senyawa organik lainnya yang terbentuk tidak menguap.
- 4. Melakukan analisis hasil konversi dengan HPLC menggunakan standar senyawaan lain seperti maltosa, gliserol dan senyawaan yang mungkin terbentuk lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- An, X., Simmons, T., Shah, R., Wolfe, C., Lewis, K. M., Washington, M., Nayak, S. K., Talapatra, S., and Kar, S. 2010. Stable aqueous dispersions of noncovalently functionalized graphene from graphite and their multifunctional high-performance applications. *Nano Letters*. 10(11): 4295-4301.
- Awuchi, C. G. 2017. Sugar Alcohols: Chemistry, Production, Health Concerns and Nutritional Importance. *International Journal of Advanced Academic*. 3(4): 31-66.
- Ayyad, O. D. H. 2011. *Novel Strategies for the Synthesis of Metal Nanoparticles and Nanostructures*. Thesis. Universitat De Barcelona. Barcelona.
- Badan Pusat Statistik. 2022. *Kota Bandar Lampung dalam Angka 2022*. Badan Pusat Statistik. Bandar Lampung.
- Ban, C., Yang, S., Kim, H., and Kim, D. H. 2020. Catalytic hydrogenation of alginic acid into sugar alcohols over ruthenium supported on nitrogen-doped mesoporous carbons. *Catalysis Today*. 352: 66-72.
- Bete, Y. I., Bukit, M., Johannes, A. Z., dan Pingak, R. K. 2019. Kajian Awal Sifat Optik Graphene Oxide Berbahan Dasar Arang Tongkol Jagung yang disintesis dengan Metode Liquid Phase Exfoliation. *Jurnal Fisika*. 4(2): 114-120.
- Chantarasupawong, P., Reji, P., Tamio, E., and Jayan, T. 2012. Enhanced Optical Limiting in Nanosized Mixed Zinc Ferrites. *Journal of Applied Physics Letters*. 100: 1-4.
- Chemat, F., Zill-E-Huma, and Khan, M. K. 2011. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*. 18(4): 813-835.
- Clark, J. H. 2001. Catalyst for Green Chemistry. *Pure and Applied*. 73: 103-111.

- Dewanti, D. P. 2018. Potensi Selulosa dari Limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit untuk Bahan Baku Bioplastik Ramah Lingkungan. *Jurnal Teknologi Lingkungan*. 19(1): 81.
- Dhepe, P. L., and Fukuoka, A. 2008. Cellulose conversion under heterogeneous catalysis. *ChemSusChem*. 1(12): 969-975.
- Dinas Ketahanan Pangan dan Holtikultura. 2021. *Kinerja Tanaman Pangan*. Kementrian Pertanian. Bandar Lampung.
- Dreyer, D. R., Todd, A. D., and Bielawski, C. W. 2014. Harnessing the chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*. 43(15): 5288-5301.
- Elma, M. 2016. *Proses Sol Gel: Analisis, Fundamental dan Aplikasi*. Universitas Lambung Mangkurat. Banjarmasin.
- Fatriasari, Widya, Masruchin, Nanang, dan Hermiati, E. 2019. *Selulosa : Karakteristik dan Pemanfaatannya*. LIPI Press. Jakarta.
- Fengel, D., and Wegener, G. 1995. *KAYU: Kimia, Ultrastruktur, dan reaksireaksi*. UGM Press. Yogyakarta.
- Fukuoka, A., and Dhepe, P. L. 2006. Catalytic conversion of cellulose into sugar alcohols. *Angewandte Chemie International Edition*. 45(31): 5161-5163.
- Gado, M., Atia, B., and Morcy, A. 2019. The role of graphene oxide anchored 1-amino-2- naphthol-4-sulphonic acid on the adsorption of uranyl ions from aqueous solution: kinetic and thermodynamic features. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*. 99(10): 996-1015.
- Habibi Jetani, G., and Rahmani, M. B. 2020. TiO₂/GO nanocomposites: synthesis, characterization, and DSSC application. *European Physical Journal Plus*. 135(9).
- Habibi, Y., Lucia, L. A., and Rojas, O. J. 2010. Cellulose nanocrystals: Chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical Reviews*. 110(6).
- Hariani, P. L., Riyanti, F., and Asmara, R. D. 2016. Extraction of Cellulose From Kepok Banana Peel (Musa *parasidiaca L*.) for Adsorption Procion Dye. *Molekul*. 11(1): 135-142.
- Hartanto, S., dan Ratnawati. 2010. Pembuatan karbon aktif dari empurung kelapa Sawit dengan metode aktivasi kimia. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 12(1): 12-16.
- Hermiati, E., Mangunwidjaja, D., Sunarti, T. C., dan Suparno, O. 2017.

- Pemanfaatan biomassa lignoselulosa ampas tebu untuk produksi bioetanol. *Jurnal Penelitian Dan Pengembangan Pertanian*. 29(4): 121-130.
- Hidayat, A., Setiadji, S., dan Hadisantoso, E. P. 2019. Sintesis Oksida Grafena Tereduksi (rGO) dari Arang Tempurung Kelapa (Cocos *nucifera*). *Al-Kimiya*. 5(2): 68-73.
- Hirata, M., Gotou, T., Horiuchi, S., Fujiwara, M., and Ohba, M. 2004. Thin-film particles of graphite oxide High-yield synthesis and flexibility of the particles. *Carbon*. 42(14): 2929-2937.
- Husnah, M., Fakhri, H. A., Rohman, F., Aimon, A. H., and Iskandar, F. 2017. A modified Marcano method for improving electrical properties of reduced graphene oxide (rGO). *Materials Research Express*. 4(6).
- Jiang, C. 2014. Cellulose Chemistry and Technology Hydrolytic Hydrogenation of Cellulose To Sugar Alcohols By Nickel Salts. *Cellulose Chemistry and Technology*. 48(1): 75-78.
- Kasmiarno, L. D., Floresyona, D., Raissa, R., and Pambudi, N. S. 2020. Synthesis of TiO₂/GO nanocomposite for Methylene Blue Degradation. *Materials Science and Engineering*. 778(1).
- Kinasih, D. A. S., dan Nurhasanah, I. 2020. Estimasi Ukuran Kristal dan Parameter Elastisitas Nanokristal ZnO:Ce Menggunakan Metode Size-Strain. *Jurnal Berkala Fisika*. 23(2): 56-62.
- Kobayashi, H., Ito, Y., Komanoya, T., Hosaka, Y., Dhepe, P. L., Kasai, K., Hara, K., and Fukuoka, A. 2011. Synthesis of sugar alcohols by hydrolytic hydrogenation of cellulose over supported metal catalysts. *Green Chemistry*. 13(2): 326-333.
- Komanoya, T., Kobayashi, H., Hara, K., Chun, W. J., and Fukuoka, A. 2014. Kinetic study of catalytic conversion of cellulose to sugar alcohols under low-pressure hydrogen. *ChemCatChem*. 6(1): 230-236.
- Kuusisto, J., Mikkola, J. P., Casal, P. P., Karhu, H., Väyrynen, J., and Salmi, T. 2005. Kinetics of the catalytic hydrogenation of d-fructose over a CuO-ZnO catalyst. *Chemical Engineering Journal*. 115: 93-102.
- Li, C., Shi, Y., Chen, X., He, D., Shen, L., and Bao, N. 2018. Controlled synthesis of graphite oxide: Formation process, oxidation kinetics, and optimized conditions. *Chemical Engineering Science*. 176: 319-328.
- Li, H., Ren, H. F., Zhao, B. W., Liu, C. L., Yang, R. Z., and Dong, W. S. 2016. Production of lactic acid from cellulose catalyzed by alumina-supported

- Er₂O₃ catalysts. *Research on Chemical Intermediates*. 42(9): 7199-7211.
- Li, J. 2014. Preparation of Graphene Oxide and Its Derivatives and Their Application in Bio-Tribiological Systems. Lubricants. Shanghai.
- Lin, C., Gao, Y., Zhang, J., Xue, D., Fang, H., Tian, J., Zhou, C., Zhang, C., Li, Y., and Li, H. 2020. GO/TiO₂ composites as a highly active photocatalyst for the degradation of methyl orange. *Journal of Materials Research*. 35(10): 1307-1315.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., and Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiOn Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*. 95(3): 735-758.
- Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., dan Sunaryono, S. 2018. Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO₂ Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *Journal of Physical Science and Engineering*. 3(1): 8-15.
- Luo, X., Wu, H., Li, C., Li, Z., Li, H., Zhang, H., Li, Y., Su, Y., and Yang, S. 2020. Heteropoly Acid-Based Catalysts for Hydrolytic Depolymerization of Cellulosic Biomass. *Frontiers in Chemistry*. 8(9): 1-29.
- Manaenkov, O. V., Kislitsa, O. V., Matveeva, V. G., Sulman, E. M., Sulman, M. G., and Bronstein, L. M. 2019. Cellulose Conversion Into Hexitols and Glycols in Water: Recent Advances in Catalyst Development. *Frontiers in Chemistry*. 7(834): 1-8.
- Manurung, P., Situmeang, R., Ginting, E., and Pardede, I. 2015. Synthesis and characterization of titania-rice husk silica composites as photocatalyst. *Indonesian Journal of Chemistry*. 15(1): 36-42.
- Maranatha, M. 2018. Konversi Nanoselulosa dari Kulit Pisang Kepok (Musa Paradisiaca L) menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokomposit Ni_{0,55}Cu_{0,45}Fe₂O₄ Di Bawah Pengaruh Sinar UV. Skripsi. Universitas Lampung. Bandar Lampung. 69–70.
- Martins, P. M., Ferreira, C. G., Silva, A. R., Magalhães, B., Alves, M. M., Pereira, L., Marques, P. A. A. P., Melle-Franco, M., and Lanceros-Méndez, S. 2018. TiO₂/Graphene and TiO₂/Graphene Oxide nanocomposites for photocatalytic applications: A computer modeling and experimental study. *Composites Part B: Engineering*. 145: 39-46.
- Masschelein, W., and Rice, R. G. 2002. *Ultraviolet light in water and wastewater sanitation*. Fla: Lewis Publishers. Florida.
- Nadimi, M., Ziarati Saravani, A., Aroon, M. A., and Ebrahimian Pirbazari, A.

- 2019. Photodegradation of methylene blue by a ternary magnetic TiO₂/Fe₃O₄/Graphene Oxide nanocomposite under visible light. *Materials Chemistry and Physics*. 225: 464-474.
- Noviani, H., Supartono, dan Siadi, K. 2014. Pengolahan limbah serbuk gergaji kayu sengon laut menjadi bioetanol menggunakan Saccharomycess cerevisiae. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 3(2): 147-151.
- Nugraha, A. B., Nuruddin, A., dan Sunendar, B. 2021. Isolasi Nanoselulosa Terkarboksilasi dari Limbah Kulit Pisang Ambon Lumut dengan Metode Oksidasi. *Journal of Science and Applicative Technology*. 5(1): 236.
- Pambudi, A., Farid, M., dan Nurdiansah, H. 2017. Analisa Morfologi dan Spektroskopi Infra Merah Serat Bambu Betung (Dendrocalamus *asper*) Hasil Proses Alkalisasi Sebagai Penguat Komposit Absorbsi Suara. *Jurnal Teknik ITS*. 6(2): 441-444.
- Pei, S., and Cheng, H. M. 2012. The reduction of graphene oxide. *Carbon*. 50(9): 3210-3228
- Pratiwi, R., Rahayu, D., dan Barliana, M. I. 2016. Pemanfaatan Selulosa Dari Limbah Jerami Padi (Oryza *sativa*) Sebagai Bahan Bioplastik. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Science and Technology*. 3(3): 83.
- Purwanti, E., and Dampang, S. 2017. The Effect of Hydrolysis Condition Differences on Isolation Results of Nanocrystalline Cellulose From Corncob. *Indo. J. Chem. Res.* 5(1): 424-428.
- Putri, E., dan Gea, S. 2018. Isolasi dan Karakterisasi Nanokistral Selulosa dari Tandan Sawit. *Elkawnie*. 4(1): 13-22.
- Qiu, S., and Kalita, S. J. 2006. Synthesis, processing and characterization of nanocrystalline titanium dioxide. *Materials Science and Engineering A*. 327-332.
- Ramadhany, P., Oktovani, V., dan Handoko, T. 2021. Pengaruh Kandungan Selulosa dan Lignin Pada Pulp Kulit Pisang. *Prosiding Seminar Nasional Riset Dan Teknologi Terapan*. 1: 1-5.
- Ramos, D. K. C., González, M. V., Muñóz, R. A. E., Cruz, J. S., De Moure-Flores, F. J., and Mayén-Hernández, S. A. 2020. Obtaining and Characterization of TiO₂-GO Composites for Photocatalytic Applications. *International Journal of Photoenergy*. 1-9.
- Santoso, J. S., Yesaya, R. N., Lestari, W. C., dan Choir, A. A. (2019). REVIEW: Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi C-TiO₂, Zn-TiO₂ dan La-TiO₂ terhadap

- Kristalinitas pada Metode Sol- Gel. Jurnal Sains. 1-6.
- Shrotri, A., Kobayashi, H., and Fukuoka, A. 2018. Cellulose Depolymerization over Heterogeneous Catalysts. *Accounts of Chemical Research*. 51(3).
- Sina, N. W. F., Sukmaria, A. A., and Redjeki, S. 2020. Studi Kinetika Reaksi Fermentasi Selulosa Tongkol Jagung Menggunakan Enzim Selulase pada Reaktor Batch. *Journal of Chemical and Procees Engineering*. 1(2): 14-19.
- Situmeang, R., Romiyati, R., and Yuwono, S. D. 2022. The effect of vanadium addition in Ni_{1-x}V_xFe₂O₄ nano photocatalysts on remazol golden yellow degradation under visible light irradiation. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*. 13(3).
- Situmeang, R., Tamba, M., Simarmata, E., Yuliarni, T., Simanjuntak, W., Sembiring, Z., and Sembiring, S. 2019. LaCrO₃ nano photocatalyst: The effect of calcination temperature on its cellulose conversion activity under UV-ray irradiation. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*. 10(1): 1-9.
- Štengl, V., Bakardjieva, S., Grygar, T. M., Bludská, J., and Kormunda, M. 2013. TiO₂-graphene oxide nanocomposite as advanced photocatalytic materials. *Chemistry Central Journal*. 7(1): 5-9.
- Sucahya, T. N., Permatasari, N., dan Nandiyanto, A. B. D. 2016. Review: Fotoktalisis untuk Pengolahan Limbah Cair. *Jurnal Integrasi Proses*. 6(1): 1-15.
- Sukowati, A., Sutikno, dan Rizal, S. 2014. Produksi Bioetanol dari Kulit Pisang melalui Hidrolisis Asam Sulfat. *Jurnal Teknologi dan Industri Hasil Pertanian Volume*. 19(3): 274-288.
- Supriyanto, G., Rukman, N. K., Nisa, A. K., Jannatin, M., Piere, B., Abdullah, Fahmi, M. Z., and Kusuma, H. S. 2018. Graphene oxide from Indonesian biomass: Synthesis and characterization. *BioResources*. 13(3): 4832-4840.
- Tibolla, H., Pelissari, F. M., and Menegalli, F. C. 2014. Cellulose nanofibers produced from banana peel by chemical and enzymatic treatment. *LWT Food Science and Technology*. 59(2): 1311-1318.
- Van de Vyver, S., Geboers, J., Dusselier, M., Schepers, H., Vosch, T., Zhang, L., Van Tendeloo, G., Jacobs, P. A., and Sels, B. F. 2010. Selective bifunctional catalytic conversion of cellulose over reshaped Ni particles at the tip of carbon nanofibers. *ChemSusChem.* 3(6): 698-701.
- Velasco-Hernández, A., Esparza-Muñoz, R. A., de Moure-Flores, F. J., Santos-

- Cruz, J., and Mayén-Hernández, S. A. 2020. Synthesis and characterization of graphene oxide-TiO₂ thin films by sol-gel for photocatalytic applications. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 114.
- Wang, R., Shi, K., Huang, D., Zhang, J., and An, S. 2019. Synthesis and degradation kinetics of TiO₂/GO composites with highly efficient activity for adsorption and photocatalytic degradation of MB. *Scientific Reports*. 9(1).
- Wyckoff R. W. G. 1963. *Structures Crystal* (2nd edition, Vol. 1). Interscience Publisher. London.
- Xin, H., Hu, X., Cai, C., Wang, H., Zhu, C., Li, S., Xiu, Z., Zhang, X., Liu, Q., and Ma, L. 2020. Catalytic Production of Oxygenated and Hydrocarbon Chemicals From Cellulose Hydrogenolysis in Aqueous Phase. *Frontiers in Chemistry*. 8: 6-20.
- Ye, B., Lee, M., Jeong, B., Kim, J., Lee, D. H., Baik, J. M., and Kim, H. D. 2019. Partially reduced graphene oxide as a support of Mn-Ce/TiO₂ catalyst for selective catalytic reduction of NO_x with NH₃. *Catalysis Today*. 328.
- Ye, F., and Ohmori, A. 2002. The photocatalytic activity and photo-absorption of plasma sprayed. *Surface and Coatings Technology*. 160: 62-67.
- Yuwita, P. E., Mas'udah, K. W., Sunaryono, and Taufiq, A. 2020. Structural, morphological, and functional group analysis of corncob powder. *AIP Conference Proceedings*. 1-7.
- 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*. 52(8): 1673-1676.
- Zhang, L., Yu, W., Ma, D., Sun, Z., and Zhang, Q. 2016. Fabrication of TiO₂/GO Composites by Feasible Ultrasonic Method with Improved Photocatalytic Activity. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*. 63: 973-977.