

**KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK
(*Musa x Paradisiaca L*) MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN
NANOKATALIS MoO₃/nGO DIBAWAH IRRADIASI SINAR UV**

(Skripsi)

Oleh

**M. RIFKI FADILLAH
NPM 1817011085**



**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 NANOKATALIS MoO₃/nGO DIBAWAH IRRADIASI SINAR UV

Oleh

M. RIFKI FADILLAH

Pada penelitian ini, telah dilakukan konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dengan bantuan iradiasi sinar UV menggunakan nanokatalis MoO₃/nGO (0.5:1, 0.25:1, dan 0.125:1). Nanoselulosa berhasil disintesis dengan metode hidrolisis asam kuat dan dibuktikan dengan hasil karakterisasi XRD. Ukuran kristal nanoselulosa sebesar 16,53 nm dengan indeks kristal sebesar 30%. Nanokatalis dipreparasi menggunakan metode sol gel pada katalis MoO₃ dan metode Hummer pada grafena oksida yang selanjutnya diimpregnasi melalui ultrasonikasi. Hasil karakterisasi XRD grafena oksida mendapatkan ukuran kristal sebesar 22,33 nm. Hasil karakterisasi nanokatalis menggunakan XRD mendapatkan ukuran kristal masing-masing sebesar 36,01, 30,59, dan 31,47 nm. Analisis FTIR nanokatalis MoO₃/nGO bilangan gelombang 860, 872, dan 876 cm⁻¹ menunjukkan gugus fungsi Mo-O-Mo dan Mo=O pada bilangan gelombang 979, 980, dan 985 cm⁻¹. Analisis morfologi nanokatalis menggunakan SEM menunjukkan distribusi katalis yang merata pada permukaan grafena oksida. Hasil DRS UV-VIS nanokatalis memiliki energi celah pita sebesar 3,1, 2,8, 2,7 eV. Persen konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol tertinggi sebesar 40,9% menggunakan katalis 0,25 MoO₃/nGO pada waktu pemaparan 5 jam. Konsentrasi glukosa hasil konversi tertinggi sebesar 59,90 ppm pada perbandingan 0,25 MoO₃/nGO, dan waktu pemaparan 4 jam melalui uji DNS. Hasil KCKT nanokatalis aktif mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol berupa manitol pada waktu retensi 21,4 menit.

Kata Kunci : MoO₃/nGO, nanoselulosa, gula alkohol, konversi, irradiasi.

ABSTRAK

CONVERSION OF NANOCELLULOSE FROM KEPOK BANANA SKIN WASTE (*Musa x Paradisiaca L*) INTO ALCOHOL SUGAR USING MoO₃/nGO NANOCATALISTS UNDER UV LIGHT IRRADIATION

By

M. RIFKI FADILLAH

In this research, the conversion of nanocellulose into sugar alcohols was carried out with UV light irradiation using MoO₃/nGO nanocatalyst (0.5:1, 0.25:1, and 0.125:1). Nanocellulose was successfully synthesized with a strong acid hydrolysis method and was proven by XRD characterization. The crystal size of nanocellulose is 16.53 nm with a crystal index of 30%. The nanocatalyst was prepared using the sol gel method on the MoO₃ catalyst and the Hummer method on graphene oxide, then impregnated using ultrasonication. Results of the XRD characterization of graphene oxide obtained a crystal size of 22.33 nm. The results of nanocatalyst characterization using XRD obtained crystal sizes of 36.01, 30.59, and 31.47 nm, respectively. FTIR nanocatalyst MoO₃/nGO showed the functional groups Mo-O-Mo at wave numbers 860, 872, and 876 cm⁻¹ and Mo=O at wave numbers 979, 980, and 985 cm⁻¹. Analysis of nanocatalyst morphology using SEM showed an even distribution catalyst on the surface of graphene oxide. The results of the DRS nanocatalyst had a band gap energy of 3.1, 2.8, 2.7 eV. The highest percentage for conversion of nanocellulose into sugar alcohol is 40% using 0.25 MoO₃/nGO nanocatalyst and exposure time for 5 hours. DNS test indicated that the highest concentration of converted glucose is 59.90 ppm at a ratio of 0.25 MoO₃/nGO, and an exposure time of 4 hours. The HPLC results showed that nanocatalyst is active in converting nanocellulose into sugar alcohol in the form of mannitol at retention time of 21.4 minutes.

Keywords : MoO₃/nGO, nanocellulose, sugar alcohol, conversion, irradiation.

**KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT PISANG KEPOK
(*Musa x Paradisiaca L*) MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN
NANOKATALIS MoO₃/nGO DIBAWAH IRRADIASI SINAR UV**

**Oleh
M. RIFKI FADILLAH**

**Skripsi
Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

**Pada
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

MENGESAHKAN

1. Tim Pengudi

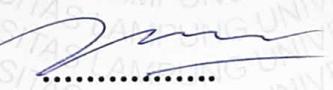
Ketua

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



Sekretaris

: Prof. Drs. Posman Manurung, Ph.D.



Pengudi

Bukan Pembimbing : Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 12 April 2023

Judul

**KONVERSI NANOSELULOSA DARI LIMBAH
KULIT PISANG KEPOK (*Musa x Paradisiaca L.*)
MENJADI GULA ALKOHOL MENGGUNAKAN
NANOKATALIS MoO₃/nGO DIBAWAH
IRRADIASI SINAR UV**

Nama

M. Rifki Fadillah

NPM

1817011085

Jurusan

Kimia

Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Prof. Rudy T. M. Situmeang, M.Sc.
NIP. 19600616198811101

Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.
NIP. 195903081991031001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

Mulyono, Ph.D.
NIP. 197406112000031002

**SURAT PERNYATAAN
KEASLIAN SKRIPSI**

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : M. Rifki Fadillah

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011085

Jurusan : Kimia Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya yang berjudul "**Konversi Nanoselulosa Dari Limbah Kulit Pisang Kepok (*Musa x Paradisiaca L*) Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokatalis MoO₃/nGO Dibawah Irradiasi Sinar UV**" adalah benar karya saya sendiri dan saya tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Bandar Lampung, 02 Mei 2023



M. Rifki Fadillah
NPM. 1817011085

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kota Bandung, Jawa Barat pada tanggal 05 Juni 2000 sebagai anak ketiga dari tiga bersaudara, dari pasangan suami istri dari bapak Candra Putra, S.T dan ibu Canti Wismawati. Jenjang pendidikan penulis diawali dari sekolah dasar SD Negeri Sukarasa 3,4 dan diselesaikan pada tahun 2012. Lalu, dilanjutkan ke jenjang sekolah menengah pertama di SMP Negeri 12 Bandung dan diselesaikan pada tahun 2015, setelah menyelesaikan jenjang sekolah menengah pertama, penulis melanjutkan pendidikan ke jenjang sekolah menengah atas di SMA Negeri 15 Bandung yang diselesaikan pada tahun 2018. Pada tahun yang sama, penulis juga diterima untuk melanjutkan pendidikan dan terdaftar sebagai Mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Anorganik Fisik I serta Kimia Anorganik Fisik II pada tahun 2022. Pengalaman organisasi penulis dimulai sebagai Kader Muda Himpunan Mahasiswa Kimia (KAMI) FMIPA Unila. Selanjutnya, penulis aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Unila Sebagai Biro Penerbitan pada periode 2019 dan 2020.

PERSEMBAHAN

Dengan segala rasa syukur kepada Allah SWT
kupersembahkan karya ini kepada:

Kedua Orang tuaku yang telah banyak berjasa dalam hidupku dari dalam kandungan hingga saat ini, yang telah memberikan doa, dukungan, motivasi, semangat, dan kasih sayang yang tidak bisa dinilai dengan apapun.

Dosen-Dosen Pembimbing dan pembahas yang selalu sabar dalam membimbingku.

Orang-orang yang telah menyayangi, membantu, dan memberikan semangat serta saran untukku.

Senior angkatan 2017, Senior S2, dan adik-adik seperbimbunganku yang telah memberikan bantuan, semangat, dan motivasi untukku.

MOTTO

Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan, sesungguhnya sesudah
kesulitan itu ada kemudahan.

[Al-Insyirah (5-6)]

Keep Marching on Instead of Running Off
[Miorine Rembran]

If you run you gain one, if you move forward you gain two
[Suletta Mercury]

March on! Sound the horn of victory!
[Tigreal]

SANWACANA

Alhamdulillahirabbil'alamin. Segala puji dan syukur hanya milik Allah SWT yang senantiasa menganugerahkan ilmu pengetahuan kepada manusia dengan perantara alam, sehingga atas kehendak dan izin-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Konversi Nanoselulosa Dari Limbah Kulit Pisang Kepok (*Musa x Paradisiaca L*) Menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokatalis MoO₃/nGO Dibawah Irradiasi Sinar UV”** sebagai syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Lampung. Shalawat serta salam semoga selalu tercurah kepada Nabi Muhammad SAW beserta keluarga, sahabat serta pengikutnya yang setia hingga Yaumil Akhir. Amin.

Penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Pada kesempatan kali ini ucapan terima kasih setulus hati diberikan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc., selaku pembimbing utama yang telah banyak memberikan banyak ilmu, bimbingan, kritik, saran, dukungan, dan diskusi-diskusinya yang sangat berarti bagi penulis selama penelitian sehingga dapat tersusun dan selesaiya skripsi ini.
2. Bapak Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Kedua yang telah banyak memberikan bimbingan, kritik, saran, dukungan, dan motivasi selama penyusunan skripsi ini.
3. Alm. Bapak Prof. Drs. Simon Sembiring, Ph.D, yang pernah menjadi pembimbing kedua sebelumnya atas bimbingan, kritik, dan saran selama penyusunan skripsi ini.

4. Ibu Prof. Dr. Kamisah Delilawati Pandiangan, M.Si., selaku pembahas atas semua saran, kritik, dan nasihat yang membantu dalam penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Dr. Nurhasanah, M.Si., selaku Pembimbing Akademik yang telah memberikan saran dan pembelajaran selama masa kuliah.
6. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si, selaku Dekan Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
8. Laboran Kimia Anorganik Fisik mbak Liza atas bantuannya saat penulis melakukan penelitian di Laboratorium.
9. Seluruh dosen kimia serta staff, dan karyawan di Jurusan Kimia Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
10. Kedua orang tuaku tercinta Bapak Candra dan Ibu Canti yang telah berjuang dan berkorban demi penulis. Terima kasih atas segala perhatian dan dukungan moral maupun materi, serta do'a yang selalu diberikan kepada penulis.
11. Alya Ika Nur Afifah yang telah membantu saya dalam memberikan semangat, memberikan bantuan, dan mendorong saya untuk menyelesaikan pendidikan di akhir semester.
12. Adik-adik angkatan 2019, yang telah membantu saya dalam laboratorium kimia anorganik fisik.
13. Senior S2 dan Angkatan 2017, yang telah membantu saya dalam laboratorium kimia anorganik fisik.

Bandar Lampung, 13 April 2023

M. Rifki Fadillah

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI.....	i
DAFTAR TABEL.....	iv
DAFTAR GAMBAR.....	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	4
1.3 Manfaat Penelitian.....	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Limbah Kulit Pisang Kepok	6
2.2 Limbah Kulit Bonggol Jagung	7
2.3 Selulosa	8
2.4 Nanoselulosa	8
2.5 Gula Alkohol	9
2.5.1 Sorbitol.....	10
2.5.2 Xylitol	11
2.5.3 Manitol	12
2.6 Katalis.....	12
2.7 Reaksi Fotokatalitik.....	13
2.8 Molibdenum	14
2.9 Grafit	14
2.10 Grafena	15
2.11 Grafena Oksida.....	16
2.12 Preparasi Katalis.....	17
2.12.1 Metode sol-gel.....	17
2.12.2 Metode <i>freeze drying</i>	18

2.12.3 Kalsinasi.....	19
2.12.4 Impregnasi.....	19
2.13 Karakterisasi Katalis.....	20
2.13.1 Penentuan Fasa Kristalin Katalis	20
2.13.2 Analisis Gugus Fungsi	22
2.13.3 Analisis Band gap	23
2.13.4 Analisis Morfologi dan Komposisi Unsur Nanokatalis	24
2.13.5 Analisis Luas Permukaan dan Pori	25
2.14 Analisis Konversi Selulosa.....	26
2.14.1 Metode DNS (3,5-asam dinitrosalisolat)	26
2.14.2 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	26
III. METODE PENELITIAN	28
3.1 Waktu dan Tempat	28
3.2 Alat dan Bahan.....	28
3.3 Prosedur Penelitian.....	29
3.3.1 Preparasi Nanokatalis MoO ₃ /nGO	29
3.3.1.1 Preparasi Grafit	29
3.3.1.2 Preparasi Grafena Oksida.....	30
3.3.1.3 Sintesis Nanokatalis MoO ₃ /nGO	31
3.3.2 Karakterisasi Nanokatalis MoO ₃ /nGO	31
3.3.2.1 Analisis Struktur	31
3.3.2.2 Analisis Morfologi dan Komposisi Unsur Nanokatalis	32
3.3.2.3 Analisis Gugus Fungsi	32
3.3.2.4 Analisis Energi <i>Band-Gap</i>	32
3.3.2.5 Analisis Luas permukaan	33
3.3.3 Preparasi Nanoselulosa.....	33
3.3.3.1 Ekstraksi Selulosa Dari Kulit Pisang Kepok.....	33
3.3.3.2 Pembuatan Nanoselulosa	33
3.3.3.3 Analisis Derajat Kristalinitas Nanoselulosa.....	34
3.3.4 Uji Aktivitas Katalis MoO ₃ /nGO	34
3.3.5 Analisis Gula Alkohol Hasil Konversi	35
3.3.6 Analisis Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	35
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	36
4.1 Preparasi Nanoselulosa dari Kulit Pisang Kepok.....	36
4.2 Preparasi Grafit dan Grafena Oksida (GO)	38

4.3 Karakterisasi Grafit dan Grafena Oksida	40
4.3.1 Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	40
4.3.2 Analisis <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	42
4.3.3 Analisis Luas Permukaan Grafena Oksida.....	43
4.4 Preparasi Nanokatalis MoO ₃ /nGO	44
4.5 Karakterisasi Struktur MoO ₃ /nGO	45
4.5.1 Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	45
4.5.2 Analisis Gugus Fungsi MoO ₃ /nGO Menggunakan FTIR	48
4.5.3 Analisis Band Gap MoO ₃ /nGO.....	49
4.5.4 Analisis <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX)	51
4.6. Uji Aktivitas Nanokatalis MoO ₃ /nGO	53
4.6.1 Analisis Gula Alkohol Hasil Konversi.....	55
4.6.2 Analisis Hasil Konversi Menggunakan KCKT	58
V. SIMPULAN DAN SARAN	60
5.1 Simpulan.....	60
5.2 Saran.....	60
DAFTAR PUSTAKA	62
LAMPIRAN.....	70
Lampiran 1. Pembuatan nanokatalis MoO ₃ /nGO.....	71
Lampiran 2. Skema preparasi nanoselulosa	74
Lampiran 3. Skema prosedur uji katalitik	76
Lampiran 4. Puncak-puncak MoO ₃ /nGO	77
Lampiran 5. Perhitungan ukuran kristal MoO ₃ , nanoselulosa, dan MoO ₃ /nGO ...	77
Lampiran 6. Perhitungan indeks kristalinitas nanoselulosa	80
Lampiran 7. Karakterisasi DRS-UV MoO ₃ /nGO.....	80
Lampiran 8. Konversi nanoselulosa.....	82
Lampiran 9. Hasil BET grafena oksida.....	85
Lampiran 10. Kromatogram hasil analisis KCKT	86

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi elemen bonggol jagung (% massa) (Tsai <i>et al.</i> , 2001)	8
2. Ukuran partikel nanoselulosa pisang kepok.....	38
3. Ukuran kristal grafena oksida	41
4. Puncak representatif dari katalis MoO ₃	46
5. Puncak dan ukuran kristal katalis MoO ₃	46
6. Ukuran kristal MoO ₃ /nGO hasil impregnasi.....	47
7. Hasil EDX persentase unsur pada nanokatalis.....	53
8. Puncak-puncak MoO ₃ /nGO masing-masing perbandingan.....	77
9. Perhitungan ukuran kristal grafena oksida.....	77
10. Perhitungan ukuran kristal MoO ₃	78
11. Perhitungan ukuran kristal MoO ₃ /nGO	78
12. Perhitungan ukuran partikel nanoselulosa pisang kepok	79
13. Contoh data perhitungan hasil analisis band gap	80
14. Data hasil konversi dengan Katalis MoO ₃ /nGO diiradiasi Sinar UV	82
15. Data absorbansi hasil uji katalitik dengan katalis MoO ₃ /nGO diiradiasi sinar UV	83
16. Data absorbansi hasil uji katalitik tanpa katalis MoO ₃ /nGO diiradiasi sinar UV	83

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Pisang kepok (<i>Musa paradisiaca L.</i>) (Sumber foto pribadi).	6
2. Limbah bonggol jagung (Sumber foto pribadi).	7
3. Struktur selullosa (Richards <i>et al.</i> , 2012).	8
4. Konversi selulosa menjadi poliol (Matveeva <i>et al.</i> , 2016)	10
5. Mekanisme reaksi pembentukan sorbitol (Matveeva <i>et al.</i> , 2016)	11
6. Mekanisme reaksi pembentukan xylitol (Delgado <i>et al.</i> , 2021).	11
7. Mekanisme reaksi pembentukan manitol (Climent <i>et al.</i> , 2011)	12
8. Struktur grafit (Bai <i>et al.</i> , 2019).	15
9. Struktur grafena (Bai <i>et al.</i> , 2019).	16
10. Struktur grafena oksida (Bai <i>et al.</i> , 2019).	17
11. Skema dari metode sol-gel (Comite, 2017).	18
12. Mekanisme kerja <i>freeze drying</i> (Hariyadi, 2013)	19
13. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD (Cullity, 1978)	21
14. Difraktogram grafit (Yu <i>et al.</i> , 2014)	21
15. Difraktogram grafena oksida dan grafit (Li <i>et al.</i> , 2013)	22
16. Spektrum FTIR grafena oksida dan grafit (Li <i>et al.</i> , 2013).	23
17. Reduksi DNS (Kolo and Sine, 2019)	26
18. Analisis gula alkohol menggunakan KCKT (Situmeang <i>et al.</i> , 2019)	27
19. Skema penelitian	29
20. Hasil sintesis nanoselulosa	37
21. Difraktogram nanoselulosa kulit pisang.	37
22. Hasil sintesis grafit	39
23. Grafena oksida hasil sintesis	40
24. Difraktogram dari A. Grafena Oksida, B. Grafit.	41
25. Spektrum FTIR A. Grafena oksida B. Grafit.	42

26. Hasil BET grafena oksida	43
27. Padatan MoO ₃ setelah kalsinasi 500 °C.....	44
28. Difraktogram katalis MoO ₃	45
29. Difraktogram A. MoO ₃ /nGO (0,125:1), B. MoO ₃ /nGO (0,25:1), C. MoO ₃ /nGO (0,125:), D. Grafena oksida, E. MoO ₃	47
30. Spektrum FTIR A. MoO ₃ /nGO (0,125:1), B. MoO ₃ /nGO (0,25:1), C. MoO ₃ /nGO (0,125:), D. Grafena oksida, E. MoO ₃	48
31. Grafik DRS katalis MoO ₃	49
32. Grafik DRS grafena oksida.....	50
33. Grafik DRS MoO ₃ /nGO 0,5.....	50
34. Grafik DRS MoO ₃ /nGO 0,25.....	50
35. Grafik DRS MoO ₃ /nGO 0,125.....	51
36. Mikrograf SEM nanokatalis 0,25 MoO ₃ /nGO perbesaran 10.000 kali.....	52
37. Spektrum EDX nanokatalis 0,25 MoO ₃ /nGO	52
38. Spektra FTIR gula alkohol hasil konversi nanoselulosa menggunakan nanokatalis 0,25 MoO ₃ /nGO dan waktu pemaparan 4 jam.....	54
39. Diagram persentase hasil glukosa pada perbandingan 0,5 MoO ₃ /nGO, 0,25 MoO ₃ /nGO, dan 0,125 MoO ₃ /nGO	55
40. Filtrat gula alkohol hasil konversi setelah penambahan reagen DNS.....	56
41. Kurva standar glukosa.....	56
42. Diagram konsentrasi glukosa pada perbandingan 0,5 MoO ₃ /nGO ,0,25 MoO ₃ /nGO, dan 0,125 MoO ₃ /nGO.	57
43. Skema konversi selulosa (Wattanapaphawong <i>et al.</i> , 2017).....	57
44. Kromatogram KCKT dari filtrat hasil konversi perbandingan 0,25 MoO ₃ /nGO dengan waktu pemaparan 4 jam.	59
45. Contoh kurva regresi linear perhitungan energi band gap nanokatalis	81
46. Contoh kurva standar glukosa dalam perhitungan konsentrasi.....	83
47. Data hasil analisis BET	85
48. Data hasil analisis KCKT.....	86

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia sebagai negara agraris banyak menggantungkan kebutuhan hidupnya dari hasil bertani, oleh karena itu sektor pertanian menjadi salah satu sektor yang terus diandalkan untuk menunjang laju pertumbuhan ekonomi nasional. Hasil bertani tersebut beraneka ragamnya, contohnya ialah tanaman pisang dan jagung. Menurut (Badan Pusat Statistik, 2019), terdapat peningkatan produksi buah pisang pada tahun 2019 menjadi 7.280.658 ton. Produksi jagung terjadi peningkatan pada tahun 2015 menjadi 19.612.435 ton (Badan Pusat Statistik, 2015). Akan tetapi, seiring berjalannya waktu, terdapat penumpukan limbah agroindustri yang tidak dimanfaatkan dengan baik dan dapat mencemarkan lingkungan sekitar.

Selulosa dapat dimanfaatkan dalam meningkatkan nilai ekonomisnya dengan cara mengkonversi menjadi gula alkohol. Senyawa tersebut merupakan salah satu produk turunan dari selulosa yang terdiri dengan bentuk antara lain sorbitol, xylitol, manitol, dulkitol, dan inositol. Salah satunya pemanfaatan gula alkohol (sorbitol) dapat digunakan sebagai pengganti sukrosa dalam mencegah karies. Penggunaan sukrosa yang melebihi batas dapat menimbulkan suatu penyakit, karena dapat difermentasi menjadi asam dengan cepat di dalam rongga mulut oleh mikroorganisme (Soesilo et al., 2006). Salah satu sumber selulosa didapatkan dari kulit pisang kepok (*Musa Acuminata L*). Kandungan selulosa yang tinggi berkisar 65%, hemiselulosa 6-8%, serta lignin 5-10% (Tjahyono, 1998). Dalam penelitian ini, kulit pisang kepok akan diubah menjadi selulosa menggunakan hidrolisis asam kuat. Selanjutnya selulosa akan dikonversi menjadi gula alkohol menggunakan nanokatalis dibawah iradiasi sinar UV.

Katalis memiliki peran penting dalam mengkonversi selulosa menjadi gula alkohol. Berbagai faktor seperti jenis katalis, metode dalam preparasinya, temperatur, dan waktu yang digunakan dapat mempengaruhi produk hasil reaksi. Katalis heterogen merupakan katalis yang banyak digunakan karena memiliki keunggulan dibandingkan katalis homogen. Penggunaan katalis heterogen dapat dengan mudah dipisahkan dari campuran reaksi serta memiliki efisiensi yang lebih tinggi.

Beberapa contoh penelitian sebelumnya telah melaporkan katalis yang digunakan untuk mengkonversi selulosa menjadi gula alkohol. Katalis Ru/NbOPO₄ pada nilai pH 2, rendemen sorbitol yang dihasilkan sebesar 69% melalui hidrolisis di dalam media berair netral pada kondisi optimal (Xi *et al.*, 2013). Katalis bifungsional Ru/Cs-HPA dan Ru/Cs-SiW melalui tahap hidrolisis dan hidrogenasi, diketahui hasil maksimal yang didapatkan sorbitol sebesar 59% diperoleh melalui katalis 1% Ru/Cs₃HSiW₁₂O₄₀ (Ru/Cs-SiW) dalam 7 jam reaksi sedangkan selektivitas tertinggi sebesar 96% diperoleh pada katalis 3% Ru/Cs₃HSiW₁₂O₄₀ (Ru/Cs-SiW) dalam 3 jam reaksi.

Fotokatalis memanfaatkan sinar cahaya dan semikonduktor (katalis) dalam meningkatkan laju reaksi kimia (Ameta *et al.*, 2018). Sumber cahaya yang digunakan berasal dari sinar tampak maupun sinar ultraviolet (UV). Dalam proses konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol menggunakan sumber cahaya berupa sinar UV karena dapat meningkatkan laju reaksi kimia. Selain itu, penggunaan sinar UV dinilai lebih ramah lingkungan dan ekonomis.

Dalam penelitian, (Situmeang *et al.*, 2019), nano-fotokatalis LaCrO₃ yang diirradiasi sinar UV dapat mengkonversi selulosa menjadi gula alkohol berupa xylitol 260 ppm, manitol 150 ppm, dan sorbitol 210 ppm dengan waktu retensi dalam Kromatografi Cair Berperforma Tinggi (KCKT) selama 45 menit. Dalam penelitian, (Situmeang *et al.*, 2020), nano fotokatalis Ni_{0.5}V_{0.5}Fe₂O₄ mampu mendegradasi zat warna *remazol golden yellow* sebanyak 45% dalam waktu 100 menit. Senyawa tersebut diketahui memiliki band gap sebesar 2,0 eV, nilai

tersebut menunjukkan bahwa $\text{Ni}_{0.5}\text{V}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dapat bekerja pada daerah penyinaran tampak sebagai fotokatalis.

Molibdenum (Mo) sebagai logam transisi banyak digunakan sebagai katalis heterogen yang efektif dalam mengendalikan laju serta selektivitas berbagai reaksi kimia. Beberapa aplikasi yang menggunakan logam transisi tersebut, contohnya pada penelitian, (Al-Alotaibi *et al.*, 2021), α - MoO_3 disintesis menggunakan metode sol-gel dan hidrotermal. Senyawa tersebut memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik untuk mendegradasi zat warna organik *methylene blue*. Laju penyisihan *methylene blue* dengan α - MoO_3 meningkat seiring dengan bertambahnya waktu penyinaran. Selain itu, dalam penelitian (Kanakaraju *et al.*, 2021), memanfaatkan fotokatalis TiO_2 -Mo yang disintesis melalui metode impregnasi basah. Fotokatalis titanium dioksida/molibdenum (3% berat) dengan performa terbaik menghasilkan efisiensi fotodegradasi jingga metil 94,5% dalam 120 menit penyinaran. penggunaan katalis $\text{LaCr}_{0.99}\text{Mo}_{0.01}\text{O}_3$ dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dapat menghasilkan sorbitol dengan rendemen yaitu 19,05% (Pertiwi, 2017).

Grafena oksida (GO) merupakan turunan dari grafit dengan berbagai gugus fungsi yang terikat pada permukaannya. Senyawa ini memiliki beberapa kelebihan antara lain, konduktivitas yang unggul, luas permukaan spesifik yang sangat besar, stabilitas mekanik/kimia yang baik dengan struktur monolayer yang fleksibel, dan bersifat hidrofilik karena memiliki banyak gugus fungsi. Senyawa ini banyak digunakan sebagai katalis dalam bentuk nanokomposit. Dalam penelitian (Kaushal *et al.*, 2020), Nanokomposit Pc/GO disintesis dengan penggabungan pektin dalam GO menggunakan metode sol-gel. Nanokomposit Pc/GO secara efektif digunakan untuk menghilangkan ion Cr (III) beracun secara efektif melalui adsorpsi, serta untuk degradasi fotokatalitik pewarna *methylene blue* (MB) dan *methyl orange* (MO) dari larutan berair. Efisiensi degradasi setelah pencahayaan 25 menit adalah 98% untuk MB, dan 87,5% untuk MO dalam 90 menit.

Berdasarkan uraian, penelitian ini telah dilakukan konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol yang bersumber dari kulit pisang kepok (*Musa paradisiaca L.*)

menggunakan nanokatalis MoO₃/nGO. Adapun tahapan dalam penelitian ini yaitu preparasi nanoselulosa, preparasi grafena oksida menggunakan metode Hummer, preparasi katalis MoO₃ melalui metode sol-gel dengan menggunakan prekursor ammonium molibdat ((NH₄)₂MoO₄), dan diimpregnasi dengan *nano* grafena oksida (nGO). Hasil dari nanokatalis MoO₃/nGO digunakan untuk konversi nanoselulosa menjadi gula pereduksi melalui irradiasi sinar UV.

Nanokatalis dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsi, *X-ray Diffraction* (XRD) untuk menentukan fasa kristalin katalis, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX) digunakan untuk menentukan morfologi katalis serta komposisi unsur dari nanokatalis, *diffuse reflectance spectrum* (DRS) digunakan dalam analisis band gap, dan *Brunauer Emmett Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan nGO. Hasil konversi dianalisis secara kuantitatif dan kualitatif menggunakan reagen DNS (asam 3,5-dinitrosalisilat) diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui total glukosa. Kemudian menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) untuk mengetahui kandungan dari jenis gula alkohol yang didapatkan seperti xylitol, manitol, dan sorbitol.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memperparasi nanoselulosa melalui proses delignifikasi dan hidrolisis asam kuat.
2. Memperparasi dan mengkarakterisasi grafena oksida berukuran nano.
3. Memperparasi dan mengkarakterisasi nanokatalis MoO₃ menggunakan metode sol-gel.
4. Memperparasi dan mengkarakterisasi nanokatalis MoO₃/nGO dengan perbandingan (0.5:1, 0.25:1, dan 0.125:1) menggunakan metode impregnasi.
5. Menguji aktivitas nanokatalis MoO₃/nGO dengan perbandingan (0.5:1, 0.25:1, dan 0.125:1) dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.

1.3 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi mengenai pengelolaan limbah bonggol jagung dan kulit pisang kepok untuk meningkatkan nilai daya ekonomis melalui aplikasi konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.
2. Memberikan informasi mengenai preparasi, karakterisasi, dan uji aktivitas nanokatalis MoO_3/nGO dalam konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Kulit Pisang Kepok

Pisang kepok (*Musa paradisiaca L.*) tumbuh pada suhu optimum untuk pertumbuhannya sekitar 27 °C dan suhu maksimum 38 °C. Bentuk buah pisang kepok agak gepeng dan bersegi. Ukuran buahnya kecil, panjangnya 10-12 cm dan beratnya 80-120 gram. Kulit pisang kepok memiliki kandungan selulosa yang tinggi berkisar 60-65%, hemiselulosa 6-8%, dan lignin 5-10% (Tjahyono, 1998). Terdapat berbagai aplikasi dalam kulit pisang kepok sendiri contohnya digunakan sebagai sumber xilosa untuk produksi *xylitol* melalui metode hidrolisis asam dan kulit pisang yang telah dikalsinasi telah dimanfaatkan sebagai katalis dalam sintesis biodiesel (Betiku and Ajala, 2014; Manalu *et al.*, 2020). Pisang kepok yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pisang kepok (*Musa paradisiaca L.*) (Sumber foto pribadi).

2.2 Limbah Kulit Bonggol Jagung

Jagung merupakan salah satu makanan pokok yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia sehingga dapat menghasilkan limbah yang cukup besar (Febriati Dkk., 2019). Bonggol jagung (*Zea Mays*) memiliki kandungan tersusun selulosa sebesar 41%, 36% hemiselulosa, dan 16% lignin (Hidayati *et al.*, 2016). Selulosa merupakan senyawa organik yang terdiri dari atom karbon, hidrogen, dan oksigen yang memiliki rumus kimia $(C_6H_{10}O_5)_n$. Bonggol jagung yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Limbah bonggol jagung (Sumber foto pribadi).

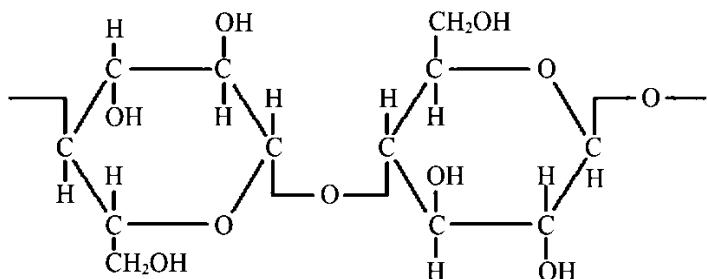
Karena pemanfaatan yang masih sangat terbatas, limbah bonggol jagung tersebut berpotensi mencemarkan lingkungan. Terdapat berbagai usaha yang dapat dilakukan dalam bidang kimia untuk mengolah limbah bonggol jagung dalam meningkatkan nilai ekonomisnya. Limbah tersebut dapat digunakan dalam pembuatan absorben zat warna, biobriket, dan lain-lain. Cara yang digunakan dalam mendapatkan unsur-unsur yang terkandung di dalam bonggol jagung selulosa, hemiselulosa, dan lignin melalui degradasi. Suhu degradasi selulosa dan hemiselulosa berada pada suhu 280-350 °C dan 200-250 °C. Sementara, lignin pada suhu 300-400 °C (Hartanto dan Ratnawati, 2010). Data komposisi elemen bonggol jagung dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi elemen bonggol jagung (% massa) (Tsai *et al.*, 2001)

Elemen	% massa
Karbon	46,8
Nitrogen	0,9
Hidrogen	6,0
Oksigen	46,3

2.3 Selulosa

Selulosa merupakan salah satu biopolimer yang sangat melimpah di bumi. Umumnya selulosa dapat disintesis melalui tanaman akan tetapi, terdapat alternatif produksi tersebut menggunakan bakteri. Selulosa merupakan homopolimer yang terdiri dari unit D-glukosa yang dihubungkan oleh ikatan β -1,4-glikosidik (Brigham, 2017). Setiap monomer memiliki tiga gugus hidroksil, dimana ikatan hidrogen akan terbentuk dari gugus tersebut yang mempunyai peranan dalam struktur kristalin dan sifat fisik selulosa (Chirayil *et al.*, 2014). Selulosa terdiri dari beberapa gugus fungsi lainnya seperti metoksil dan eter. Struktur dari selulosa ditunjukkan pada Gambar 3.

**Gambar 3.** Struktur selulosa (Richards *et al.*, 2012)

2.4 Nanoselulosa

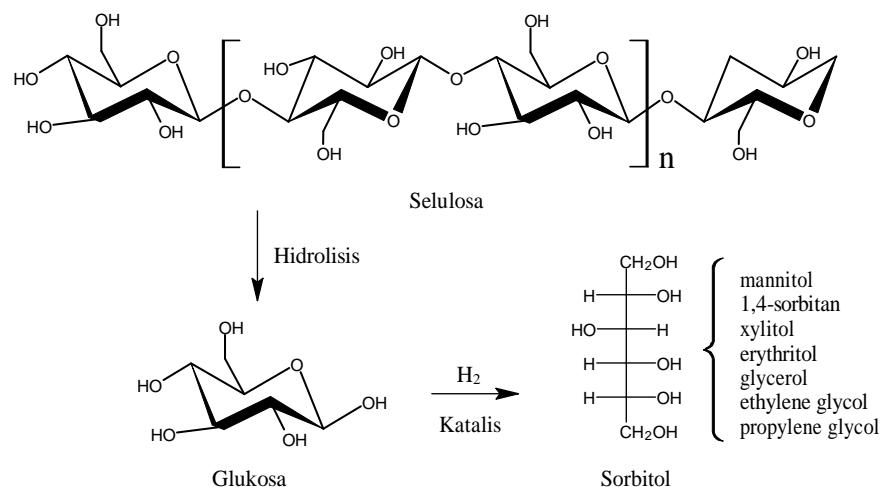
Nanoselulosa merupakan suatu bahan berukuran nano yang berada di alam dan dapat diekstraksi dari dinding sel tumbuhan. Ukuran nanometer dari nanoselulosa memiliki sifat-sifat unik seperti luas permukaan yang tinggi (Phanthong *et al.*,

2018). Terdapat beberapa jenis nanoselulosa antara lain, *cellulose nanocrystals* (CNCs) atau disebut sebagai *nanocrystalline cellulose* (NCC) dan *cellulose nanowhiskers* (CNWs) *cellulose nanofibrils* (CNFs) atau disebut sebagai nanoselulosa berfibrilasi (NFC), dan selulosa bakteri (BC). Metode yang digunakan dalam pembuatan nanoselulosa adalah dengan metode hidrolisis asam kuat berupa asam sulfat (H_2SO_4) dan asam klorida (HCl). Senyawa tersebut bertujuan untuk memecah bagian amorf dari selulosa sehingga mereduksi ukurannya. Serta asam kuat berfungsi sebagai pemutus ikatan glikosida dalam selulosa. Terdapat beberapa langkah dalam hidrolisis asam. Pertama, hidrolisis asam kuat selulosa dilakukan secara terkontrol baik dari konsentrasi asam, waktu, suhu, dan rasio asam terhadap selulosa. Kedua, terdapat pengenceran dengan sedikit air untuk menghentikan proses hidrolisis dan pencucian berulang dengan sentrifugasi. Ketiga, dilakukan dialisis untuk menghilangkan molekul dalam yang masih terkandung pada saat hidrolisis. Keempat, ultrasonikasi untuk membentuk suspensi nano-selulosa yang stabil. Kelima pengeringan suspensi untuk menghasilkan padatan nanoselulosa (Wulandari Dkk., 2016).

2.5 Gula Alkohol

Gula alkohol merupakan sebagai hasil reduksi dari glukosa dimana semua atom oksigen dalam molekul gula alkohol yang sederhana terdapat dalam bentuk kelompok hidroksil serta dapat diperoleh dengan mensubstitusi gugus aldehida dengan gugus hidroksil. Senyawa ini memiliki nilai kalori yang lebih rendah dibandingkan sukrosa, dengan rasa manis yang sebanding. Selain itu, gula alkohol menunjukkan efek prebiotik dan anti-karies yang dapat dikonsumsi dalam makanan rendah gula dan produk ramah gigi (Grembecka, 2018). Gula alkohol dapat diproduksi melalui proses konversi selulosa melalui bantuan katalis. Senyawa terbuat dari bahan berpati seperti tapioka, pati umbi-umbian, sagu atau pati jagung. Gula alkohol (poliol atau alkohol polihidrat) merupakan karbohidrat rendah yang mudah dicerna serta. Gula alkohol dapat digolongkan sebagai monosakarida terhidrogenasi (sorbitol dan manitol), disakarida terhidrogenasi

(isomalt, maltitol, dan laktitol) dan campuran oligosakarida terhidrogenasi (hidrolisat pati terhidrogenasi) (Grembecka, 2015). Gula alkohol didapatkan dengan cara mengkonversi selulosa menggunakan bantuan katalis akan tetapi, diubah terlebih dahulu menjadi glukosa (Kobayashi *et al.*, 2011). Sejumlah besar gugus hidroksil pada selulosa memungkinkan selulosa untuk dikonversi menjadi poliol lainnya. Reaksi konversi selulosa menjadi poliol lainnya ditunjukkan pada Gambar 4.

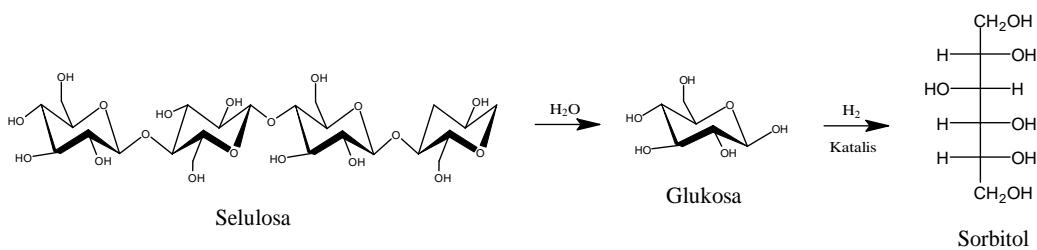


Gambar 4. Konversi selulosa menjadi poliol (Matveeva *et al.*, 2016)

2.5.1 Sorbitol

Sorbitol merupakan salah satu senyawa kimia yang digunakan sebagai pengganti glukosa dengan rumus kimia C₆H₁₄O₆. Sorbitol berupa kristal putih tidak berbau, nonkariogenik, dengan berat molekul 182,17 g/mol, 60% kemanisan relatif dibandingkan dengan sukrosa memiliki kelarutan 2350 g/L, dan pH sekitar 7. Penggunaannya dalam industri makanan sangat luas, termasuk sebagai pemanis, pelembab, texturizer, dan pelembut. Sorbitol dapat dikonsumsi oleh penderita diabetes karena jalur metabolismenya tidak bergantung pada insulin (energi rendah dan tidak dapat dimetabolisme) (Marques *et al.*, 2016). Sorbitol dapat diproduksi dalam jaringan tubuh manusia yang merupakan hasil katalisasi dari D-glukosa oleh enzim aldose reduktase, yang mengubah struktur aldehid (CHO) dalam molekul glukosa menjadi alkohol (CH₂OH). Sorbitol bersifat larut polar

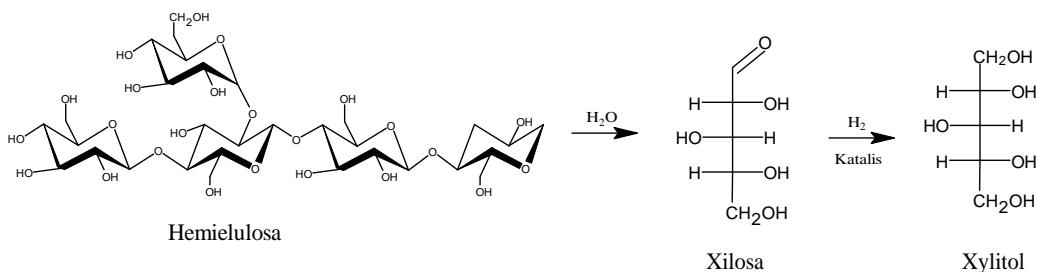
seperti air dan alkohol. Mekanisme reaksi pembentukan sorbitol disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Mekanisme reaksi pembentukan sorbitol (Matveeva *et al.*, 2016)

2.5.2 Xylitol

Xylitol merupakan gula alkohol yang memiliki rantai 5-karbon dan digunakan sebagai pemanis buatan dengan kurang dari dua pertiga kalori dari kebanyakan gula (Peterson, 2013). Senyawa ini memiliki rumus kimia $C_5H_{12}O_5$. Xylitol memiliki berat molekul sebesar 152,15 g/mol dengan kelarutan 169 g/100g dalam air pada pH 5–7. Xylitol juga mempunyai titik didih 126 °C, titik lebur 92–96 °C, nilai kalori 4,06 kal/g (endotermik), dan kemanisan relatif sama dengan sukrosa namun lebih tinggi dari manitol dan sorbitol. Xylitol memiliki beberapa aplikasi dalam bidang industri yaitu makanan odontologi (karena antikariogenitas, pengerasan gigi dan sifat remineralisasi) dan farmasi (untuk sifat ramah gigi, kemampuan mencegah otitis, infeksi telinga dan saluran pernapasan atas dan kemungkinan digunakan sebagai pemanis dalam sirup, tonik dan formulasi vitamin) (Ur-Rehman *et al.*, 2015). Mekanisme reaksi pembentukan xylitol ditunjukkan pada Gambar 6.

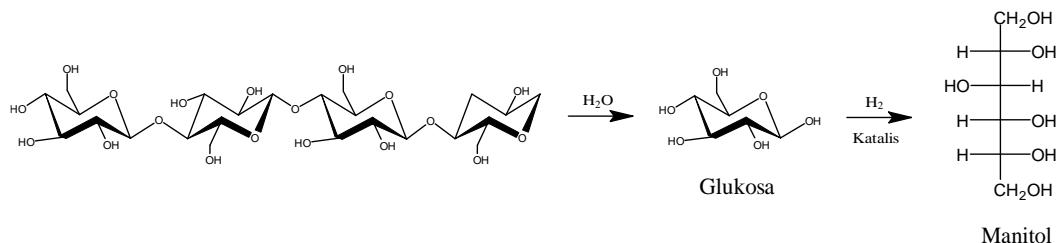


Gambar 6. Mekanisme reaksi pembentukan xylitol (Delgado *et al.*, 2021).

2.5.3 Manitol

Manitol merupakan salah satu jenis gula alkohol yang memiliki rantai 6-karbon dan memiliki rumus kimia $C_6H_{12}O_6$. Manitol memiliki kelarutan 22 g /100 mL air (25°C) dan tingkat kemanisannya 0,5–0,7 kali tingkat kemanisan sukrosa.

Sedangkan nilai kalori yang dimiliki manitol sebesar 1,6 kkal/g, titik didih 29°C dan titik leleh $165 - 169^{\circ}\text{C}$. Manitol tidak bersifat pereduksi karena tidak memiliki gugus aldehid. Manitol tidak menyebabkan penurunan pH di dalam mulut setelah dikonsumsi. Ini berarti bahwa konsumsi manitol maupun sorbitol tidak menyebabkan kerusakan pada gigi, hal tersebut menjadi alasan manitol dan sorbitol digunakan dalam produk perawatan gigi. Mekanisme reaksi pembentukan ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Mekanisme reaksi pembentukan manitol (Climent *et al.*, 2011)

2.6 Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang dapat meningkatkan laju reaksi kimia pada saat dan setelah reaksi. Katalis terlibat dalam reaksi, memberikan mekanisme baru dengan energi pengaktifan yang lebih rendah dibanding reaksi tanpa katalis. Penurunan energi aktivasi tersebut terjadi akibat interaksi antara katalis dengan reaktan. Aktivitas katalis umumnya dinyatakan dalam jumlah produk yang dihasilkan dari (jumlah) reaktan yang digunakan dalam waktu reaksi tertentu. Aktivitas katalis sangat bergantung pada sifat kimia, luas permukaan, dan distribusi pori katalis. Secara umum, katalis dapat dikelompokan menjadi dua kelompok yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen, reaktan dan katalis berada dalam fase yang sama, sedangkan untuk katalis heterogen, katalis dan reaktan berada pada fase yang berbeda. Keunggulan menggunakan

katalis heterogen ialah memiliki efisiensi yang tinggi, tidak korosif, dan dapat digunakan secara berulang mudah dalam pemisahan. Terdapat kerugian dalam katalis heterogen adalah aktivitas katalis yang terbatas dan selektivitas yang tinggi (Fadhel *et al.*, 2010).

Nanokatalis merupakan istilah yang umum digunakan dalam katalis berukuran nano. Nanokatalis saat ini dikembangkan dalam reaksi kimia karena dapat mengkatalisis suatu reaksi yang lebih cepat dibandingkan katalis berukuran mikro. Keunggulan nanokatalis ini dikarenakan memiliki luas permukaan yang lebih luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya. Sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik. Selain itu, terdapat kelebihan lainnya seperti, stabil secara kimia, biaya yang rendah, ramah terhadap lingkungan, dan memiliki sifat fotoaktif yang sangat baik pada skala nano (ditunjukkan dalam interval 1-100 nm) (Wassel *et al.*, 2020).

2.7 Reaksi Fotokatalitik

Fotokatalis merupakan suatu zat yang mengubah laju reaksi kimia yang berlangsung dengan memanfaatkan cahaya dan material semikonduktor (katalis). Istilah fotokatalis didapatkan dari gabungan dua kata foto yang terkait dengan cahaya sedangkan katalis, yang merupakan zat yang mengubah laju reaksi. Reaksi fotokatalitik dapat dikategorikan menjadi dua jenis berdasarkan penampilan keadaan fisik reaktan. Fotokatalisis homogen, ketika semikonduktor dan reaktan berada dalam fase yang sama, yaitu gas, padat, atau cair, reaksi fotokatalitik tersebut disebut sebagai fotokatalisis homogen. Fotokatalisis heterogen, ketika semikonduktor dan reaktan berada dalam fase yang berbeda, reaksi fotokatalitik tersebut diklasifikasikan sebagai fotokatalisis heterogen (Ameta *et al.*, 2018). Suatu reaksi fotokatalitik umumnya terjadi dengan bantuan bahan semikonduktor. Semikonduktor ialah suatu material yang memiliki konduktivitas listrik diantara konduktor dan isolator. Pada material semikonduktor, pita energi yang memperbolehkan keberadaan elektron, yaitu pita valensi berenergi rendah yang

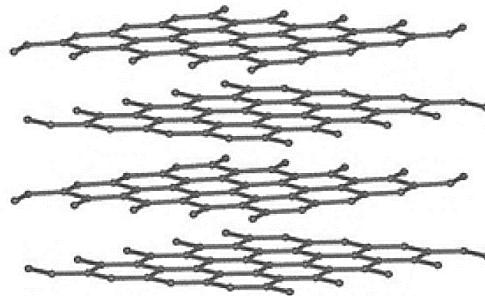
terisi penuh dan pita konduksi berenergi tinggi yang kosong. Cela energi yang memisahkan antara kedua pita tersebut dapat disebut dengan band gap (E_g). Selain itu, material semikonduktor memiliki energi celah pita relatif kecil berkisar $<1,5\text{-}3,0\text{ eV}$, yang memungkinkan suatu elektron memasuki level energi yang lebih tinggi.

2.8 Molibdenum

Molibdenum merupakan salah satu unsur logam transisi yang terdapat dalam kelompok VI B dalam tabel periodik serta tidak ditemukan secara murni di alam. Berdasarkan sifat fisik, molibdenum berwujud padatan berwarna putih keperakan. Selain itu, unsur logam transisi ini memiliki titik leleh $2896\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan titik didih $4639\text{ }^{\circ}\text{C}$ yang menjadikannya salah satu unsur dengan titik leleh dan titik didih tertinggi. Berdasarkan sifat kimianya, molibdenum mudah teroksidasi ketika dilakukan pemanasan yang tinggi mencapai suhu $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, tahan terhadap asam klorida, dan tidak bereaksi dengan oksigen pada suhu kamar. Molibdenum paling umum ditemukan dalam bentuk molibdenum sulfida dan oksida.

2.9 Grafit

Grafit merupakan salah satu bahan konduktor panas serta listrik yang baik, memiliki kekakuan dan kekuatan reguler yang tinggi (Rodrigues *et al.*, 2013). Grafit mempunyai bentuk allotrop alami karbon, yang muncul karena suatu karbon mengikat dengan karbomen yang lainnya. Grafit memiliki atom karbon yang hanya terikat pada tiga atom karbon lain untuk membentuk lapisan dua dimensi yang kuat dan sangat stabil. Setiap lapisannya hanya terikat lemah dengan lapisan yang berdekatan oleh gaya Van Der Waals. Struktur berlapis heksagonal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 8 dihasilkan membentuk salah satu mineral yang lunak (Keeling and Keeling, 2018).



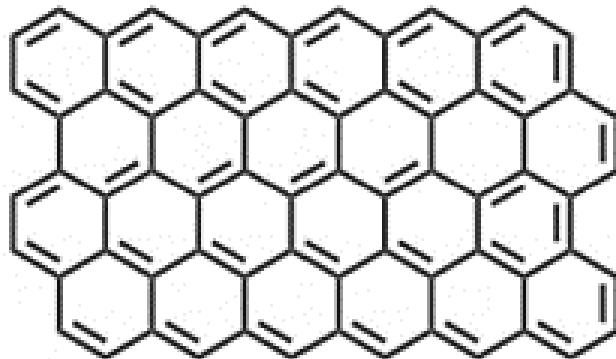
Gambar 8. Struktur grafit (Bai *et al.*, 2019).

Secara umum, grafit diklasifikasikan sebagai grafit alami dan grafit sintetis. Grafit sintetis biasa didapatkan melalui pemanasan karbon tidak terstruktur (*amorf*) pada suhu di atas 2500 °C. Perlakuan panas ini mengarahkan lapisan yang tidak teratur ke dalam struktur grafit. Pemilihan prekursor, pengikat pitch (*pitch binder*), dan suhu grafitisasi yang dapat mempengaruhi karakteristik grafit sintesis. Dalam grafit hasil sintesis, dapat terdapat variasi kemurnian, struktur kristalografi, luas permukaan, dan lain-lain (Wissler, 2006). Terdapat tiga klasifikasi utama dari *natural graphite* antara lain, *crystalline small flake graphite* (atau grafit serpihan), *lump graphite*, dan *amorphous graphite* (grafit serpihan sangat halus). Senyawa tersebut memiliki sifat fisik, penampilan, kimia yang berbeda, komposisi, dan pengotor. Metode *catalytic graphitization* banyak digunakan dalam pembuatan grafit dibandingkan dengan metode yang lainnya. Metode tersebut tidak memerlukan suhu yang sangat tinggi (diatas 5000 °C) dan prosedur yang rumit sehingga tidak memerlukan biaya yang tinggi serta penerapan yang terbatas (Chaldun *et al.*, 2013). Pada penelitian ini, digunakan logam transisi Fe (*Iron*), berasal dari $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai katalis dalam membentuk grafit.

2.10 Grafena

Grafena memiliki susunan atom berkerangka heksagonal yang mirip sarang lebah dan membentuk satu lembaran. Salah satu karakteristik dari grafena adalah susunan atom karbon sangat teratur dan sangat minim bahkan tanpa cacat akibat ikatan atom-atom karbon yang kuat. Lapisan grafena memiliki hibridisasi sp^2

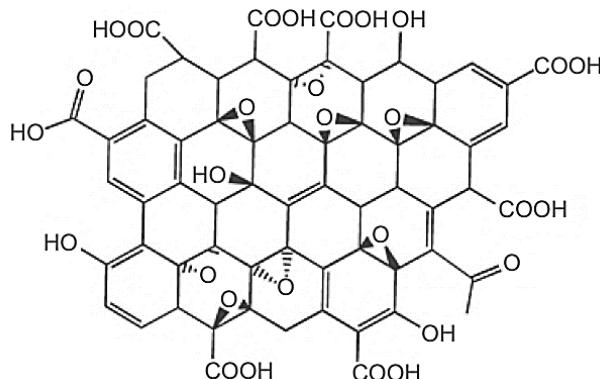
yang memiliki orbital π pada setiap atom karbon dan setiap atom karbon memiliki jarak berkisar 1,42 Å . Kisi grafena tersusun atas dua lapisan atom karbon yang memiliki ikatan sigma (σ) (Taufantri Dkk., 2016). Aplikasi dari grafena antara lain digunakan dalam baterai lithium-ion dikarenakan konduktivitas listrik yang tinggi dan digunakan dalam biosensor (Siqueira and Oliveira, 2017). Struktur grafena ditunjukkan seperti Gambar 9.



Gambar 9.Struktur grafena (Bai *et al.*, 2019).

2.11 Grafena Oksida

Grafena Oksida (GO) memiliki lapisan monomolekul tunggal grafit yang memiliki gugus fungsi oksigen seperti epoksida, karbonil, karboksil, dan gugus hidroksil (Ray, 2015). Senyawa tersebut memiliki dua karakteristik, yang pertama dapat diproduksi menggunakan grafit sebagai prekursor dengan menggunakan metode kimia hemat biaya dengan hasil tinggi dan memiliki sifat hidrofilik dapat membentuk koloid berair yang stabil (Pei and Cheng, 2012). Contoh metode sintesis grafena oksida yang digunakan antara lain, metode *Brodie*, *Staudenmaier*, dan *Tour* (Wang *et al.*, 2013). Struktur grafena oksida ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Struktur grafena oksida (Bai *et al.*, 2019).

Penelitian ini menggunakan metode Hummer yang umumnya digunakan dalam sintesis oksida grafit karena produk yang dihasilkan memiliki laju oksidasi yang lebih tinggi (Taufantri Dkk., 2016). Bahan-bahan yang digunakan dalam metode Hummers juga mudah diperoleh dan tidak terlalu berbahaya dibandingkan dengan metode yang lainnya. Metode ini memanfaatkan kalium permanganat (KMnO_4) sebagai agen pengoksidasi di dalam larutan asam sulfat (H_2SO_4) (Ray, 2015).

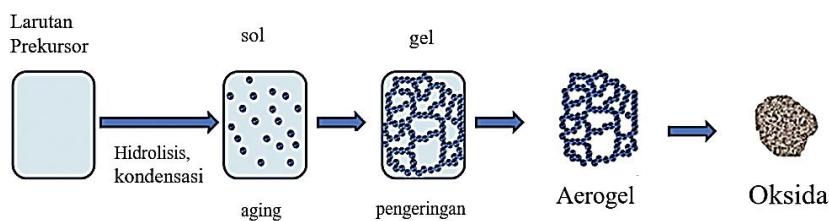
2.12 Preparasi Katalis

Metode yang digunakan dalam mempersiapkan suatu katalis akan mempengaruhi hasil analisis dan karakterisasinya. Pemilihan metode persiapan katalis yang sesuai akan memberikan aktivitas, selektivitas dan stabilitas yang tinggi pada katalis tersebut. Metode yang digunakan dalam persiapan katalis adalah sebagai berikut:

2.12.1 Metode sol-gel

Metode sol-gel, salah satu metode sintesis material anorganik yang didasarkan pada reaksi kimia larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) dan membentuk fasa padat kontinu (gel). Sol-gel merupakan suatu suspensi koloid dari partikel yang digelkan ke bentuk padatan. Proses sol-gel melibatkan transisi menggunakan prinsip dari fase sol menjadi fase gel. Dasar dalam metode solgel ialah mencampurkan satu atau dua

logam aktif secara bersamaan dalam prekursor katalis. Skema dari metode sol-gel ditunjukkan pada Gambar 11.

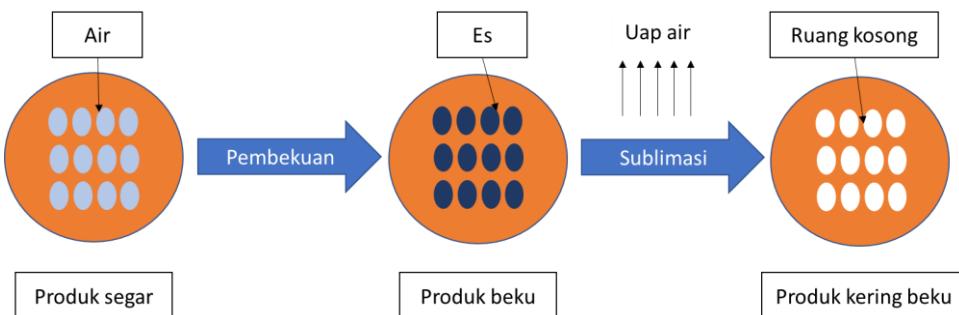


Gambar 11. Skema dari metode sol-gel (Comite, 2017).

Beberapa kelebihan dan kekurangan dalam sintesis menggunakan metode sol-gel. Dalam keunggulan, metode ini menghasilkan bahan berkualitas tinggi dengan homogenitas dan kemurnian pada suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan metode konvensional. Sedangkan dalam kelemahannya memiliki waktu pemrosesan yang lama (Modan and Plăiașu, 2020).

2.12.2 Metode *freeze drying*

Pengeringan beku adalah proses pengeringan di mana pelarut dan media suspensi dikristalkan pada suhu rendah yang kemudian disublimasikan dari keadaan padat langsung ke fase uap (Santiago and Moreira, 2020). Pengeringan menggunakan alat *freeze drying* lebih baik dibandingkan dengan oven dikarenakan kadar airnya lebih rendah sampai 1%. Pengeringan menggunakan alat *freeze drying* lebih aman terhadap resiko terjadinya degradasi senyawa dalam sampel. Hal ini dikarenakan penggunaan temperatur yang relatif rendah saat pengeringan dan lamanya proses pengeringan membuat sampel lebih stabil dibandingkan dengan metode pengeringan yang lain. Metode ini mampu menghilangkan air hingga 95%-99,5% sehingga waktu penyimpanan lebih lama, menghasilkan material dengan kuantitas akurat, meminimalkan hilangnya bahan kimia yang mudah menguap, dan konstituen dari bahan kering tetap terdispersi secara homogen (Kumar, 2012). Mekanisme kerja *freeze drying* ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Mekanisme kerja *freeze drying* (Hariyadi, 2013)

2.12.3 Kalsinasi

Kalsinasi merupakan suatu proses pemanasan dan pemurnian padatan dengan menggunakan suhu tinggi untuk menghilangkan volatile dan mengoksidasi bagian dari massa. Metode tersebut memiliki efek signifikan pada kristalisasi fase, transformasi fase, ukuran kristal dan luas permukaan (Altunal *et al.*, 2020). Kalsinasi diperlukan dalam menghasilkan ukuran partikel yang optimum dalam menggunakan senyawa-senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida dan membentuk fase kristal. Pada proses kalsinasi terdapat tiga tahapan, yaitu pada suhu berkisar 120-300 °C terjadi pelepasan molekul air (H_2O) yang masih terikat pada prekursor katalis. Selanjutnya, pada suhu 550 °C akan terjadi pelepasan gas CO_2 dan gas-gas lain akibat reaksi oksida yang terbentuk dengan penyanga. Kemudian dalam pemanasan lanjutan atau pada suhu berkisar lebih dari 600 °C katalis dapat membentuk ikatan yang lebih kuat dan tidak mudah lepas sehingga stabilisasi serta sifat-sifat mekaniknya akan semakin meningkat. Pada tahapan terakhir prekursor katalis tersebut berubah menjadi padatan yang mengandung fase kristalin.

2.12.4 Impregnasi

Impregnasi merupakan suatu metode yang digunakan dalam preparasi katalis dengan adsorpsi larutan garam prekursor kedalam penyanga. Terdapat dua jenis dalam metode impregnasi yaitu, impregnasi kering dan impregnasi basah. Apabila volum larutan yang digunakan lebih besar dari 1,5 kali volum pori tergolong

impregnasi basah. Sedangkan dalam impregnasi kering, volume larutan yang digunakan kurang dari 1,2 kali volum pori penyanga (*Lestari et al.*, 2018). Metode impregnasi basah umumnya dipakai bila prekursor berinteraksi dengan penyanga tetapi hanya sebatas interaksi fisik.

2.13 Karakterisasi Katalis

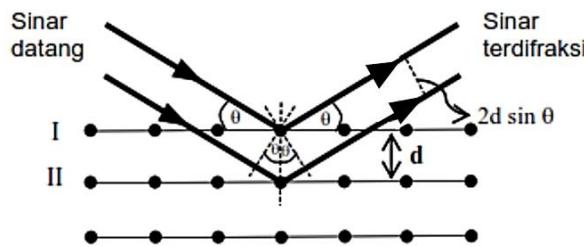
Katalis yang telah diperoleh dari hasil sintesis akan dikarakterisasi untuk mendapatkan informasi mengenai sifat fisika dan sifat kimia. Pada karakterisasi kimia dilakukan untuk mengetahui jumlah kandungan logam dalam katalis, ikatan kimia, dan kristalinitas. Sedangkan karakterisasi fisika dilakukan untuk mengetahui luas permukaan, diameter pori, volume pori, kekerasan, dan distribusi logam pada katalis.

2.13.1 Penentuan Fasa Kristalin Katalis

Analisis struktur dan fase katalis hasil sintesis dapat ditentukan menggunakan alat XRD. Instrumen tersebut dapat digunakan untuk mengetahui tentang orientasi kristal dan parameter struktural seperti ukuran butir rata-rata, kristalinitas, regangan, dan cacat kristal (Bunaciu *et al.*, 2015). Adapun persamaan Hukum Bragg digunakan sebagai prinsip dasar dari metode difraksi ditunjukkan dalam Persamaan 1.

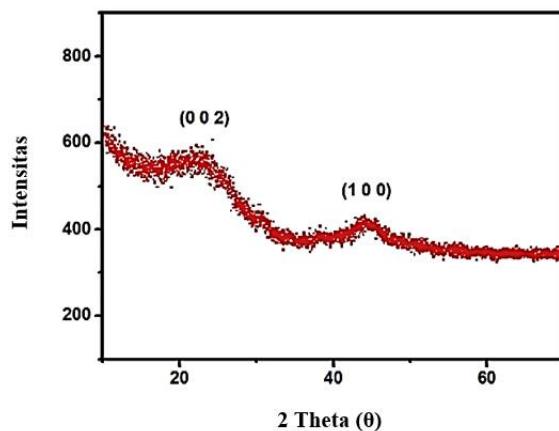
dimana, (θ) besarnya sudut difraksi, bergantung kepada panjang gelombang target (λ) serta jarak antar bidang (d). Ukuran partikel dapat dihitung menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditunjukkan pada Persamaan 2 (Cullity, 1978).

dimana, (D) merupakan ukuran partikel dalam ukuran nm, (K) merupakan konstanta faktor bentuk dari kristal, (λ) panjang gelombang dari sinar-X (1,54 Å), (β) nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM), dan (θ) merupakan sudut difraksi (derajat). Menurut hukum Bragg, ketika seberkas sinar-X diberikan kepada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD (Cullity, 1978).

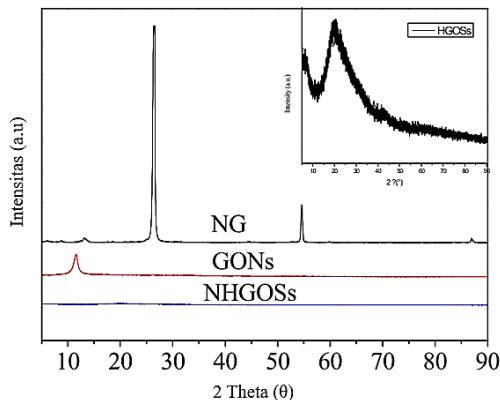
Adapun hasil dari analisis XRD berupa difraktogram. Terdapat contoh difraktogram untuk grafit dari bonggol jagung dapat dilihat pada Gambar 14.



Gambar 14. Difraktogram grafit (Yu et al., 2014).

Pada Gambar 14, ditunjukkan dua puncak lebar pada $21,8^\circ$ dan $43,7^\circ$ untuk grafit alam yang disintesis dari bonggol jagung, sesuai dengan (002) dan (100) bidang grafena. Gambar 15 menunjukkan difraktogram grafena oksida untuk mengetahui

perubahan struktural dari grafit. Pola XRD dari grafit alam menunjukkan puncak karakteristik (002) dari grafit pada $26,52^\circ$. Setelah oksidasi, puncak (002) grafit menghilang dan puncak tambahan pada $11,56^\circ$ diamati, yang sesuai dengan puncak difraksi (001) lembaran nano graphene oksida (Li *et al.*, 2013).

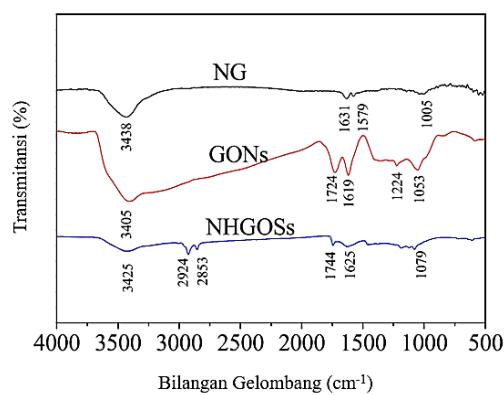


Gambar 15. Difraktogram grafena oksida dan grafit (Li *et al.*, 2013).

2.13.2 Analisis Gugus Fungsi

Spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) adalah suatu metode analisis yang banyak digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam suatu sampel baik gas, cair, maupun padat dengan menggunakan berkas radiasi inframerah. Spektroskopi inframerah mengukur penyerapan radiasi IR yang dibuat oleh setiap ikatan dalam molekul dan sebagai hasilnya memberikan spektrum yang dapat dinyatakan sebagai % transmitansi dan bilangan gelombang (cm^{-1}) (Khan *et al.*, 2018). Spektrum IR dibagi menjadi tiga wilayah bilangan gelombang yaitu, spektrum IR jauh, spektrum IR tengah, dan spektrum IR dekat. Spektrum IR tengah adalah yang paling banyak digunakan dalam analisis sampel, tetapi spektrum IR jauh dan dekat juga berkontribusi dalam memberikan informasi tentang sampel yang dianalisis. Penelitian ini difokuskan pada analisis FTIR pada spektrum IR tengah. Spektrum IR tengah dibagi menjadi empat wilayah yaitu, wilayah ikatan tunggal ($2500\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$), wilayah ikatan rangkap tiga ($2000\text{-}2500 \text{ cm}^{-1}$), wilayah ikatan rangkap ($1500\text{-}2000 \text{ cm}^{-1}$), dan daerah sidik jari ($600\text{-}1500 \text{ cm}^{-1}$) (Nandiyanto Dkk., 2019).

Prinsip kerja dari analisis FTIR adalah penyerapan radiasi elektromagnetik oleh gugus-gugus fungsi tertentu dengan energi vibrasi dalam bentuk spektrum. Mula-mula sinar dari sumber laser dipantulkan melewati plat pemecah sinar, sedangkan sinar dari sumber IR dipantulkan melalui cermin lalu kembali melewati plat pemecah berkas. Selanjutnya kedua sinar ini dipantulkan kembali melewati cermin, lalu berkas cahaya diteruskan melalui lintasan optik sebelum dipantulkan dengan cermin. Kemudian berkas cahaya akan melewati sampel dan dipantulkan, kemudian dilakukan pembacaan pada detektor yang mengubah energi panas menjadi energi listrik. Spektrum FTIR *nano* grafena oksida dan grafit alam ditunjukkan pada Gambar 16.



Gambar 16. Spektrum FTIR grafena oksida dan grafit (Li *et al.*, 2013).

Gambar 16 menunjukkan grafit alam yang memiliki ikatan C–C dalam cincin heksahidrat pada puncak bilangan gelombang 1005 cm^{-1} , sesuai dengan struktur planar sp^2 yang dimiliki grafit secara intrinsik. Puncak bilangan gelombang pada 3405 cm^{-1} dapat dikaitkan dengan regangan O–H dari molekul air yang teradsorpsi dan gugus OH struktural. Adanya gugus fungsi karboksil dan epoksi juga dapat dilihat pada masing-masing sekitar 1724 cm^{-1} dan 1053 cm^{-1} .

2.13.3 Analisis Band gap

Energi celah pita (Band-gap) merupakan suatu celah yang menyatakan besarnya jarak antara pita valensi (VB; *Valence Band*) dengan pita konduksinya (CB; *Conduction Band*) sebanding dengan energi (dalam eV atau *elektron volt*) yang

dibutuhkan untuk elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Biasanya energi celah pita tersebut terdapat dalam material semikonduktor. DRS UV-Vis merupakan metode yang dapat digunakan untuk mengetahui besar energi celah pita suatu sampel padat. Metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Hasil dari analisis, ditentukan nilai band gap melalui hubungan tauc yang ditunjukkan pada Persamaan 3.

Dimana, (h) merupakan konstanta plank, (v) frekuensi vibrasi, (α) Koefisien absorpsi, (E_g) energi celah pita, (A) konstanta proporsi, dan (γ) merupakan faktor dari sifat transisi elektron untuk celah pita transisi langsung (2) dan tidak langsung (1/2) (Tauc et al., 1966). Kemudian spektra hasil analisis, dimasukkan ke dalam Persamaan 4.

$$F(R_\infty))^2 = \frac{K}{S} = (1 - R_\infty)^2 / 2 R_\infty. \dots \dots \dots \quad (4)$$

Dimana $F(R_\infty)$ merupakan faktor Kubelka Munk, (K), koefisien absorbansi, (S), merupakan koefisien scattering, dan (R) nilai reflektansi. Kemudian disubstitusikan ke dalam Persamaan 3.

$$(hvF(R\infty))^2 = A(hv - Eg) \dots \dots \dots (5)$$

Kemudian perhitungan yang didapatkan dari persamaan tersebut, diplotkan ke dalam grafik $(hvF(R_\infty))^2 \sim hv$. Dimana nilai hv ditempatkan pada sumbu x dan nilai $(hvF(R_\infty))^2$ ditempatkan pada sumbu y. Kemudian energi celah pita dicari menggunakan regresi linier untuk menentukan nilai band gap (E_g) (Mie, 2020).

2.13.4 Analisis Morfologi dan Komposisi Unsur Nanokatalis

Instrumen SEM dapat memberikan informasi mengenai permukaan sampel dalam pola raster dengan menggunakan berkas elektron. Selain itu, informasi yang didapatkan dapat berupa struktur mikro permukaan terlapis, distribusi fotokatalis

pada permukaan substrat, homogenitas, dan morfologi partikel (Faraldos and Bahamonde, 2018). Prinsip peralatan SEM adalah, pistol elektron akan menghasilkan sinar elektron, yang dipercepat dengan anoda. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju sampel. Sinar elektron yang terfokus akan memindai keseluruhan sampel yang akan diarahkan oleh koil pemindai. Ketika elektron mengenai sampel, sampel memancarkan elektron baru yang diterima oleh detector dan dikirim ke monitor *cathode ray tube* (CRT) (Wijayanto dan Bayuseno, 2014). Sebagian besar instrumen SEM dilengkapi alat EDX dalam menentukan komposisi unsur kimia dalam suatu sampel menggunakan instrumen berupa EDX. Instrumen tersebut, dapat mendeteksi unsur-unsur yang memiliki nomor atom lebih tinggi dari boron dan unsur-unsur ini dapat dideteksi pada konsentrasi minimal 0,1%. Prinsip kerja dalam EDX, bahwa tidak ada unsur yang memiliki spektrum emisi sinar-X yang sama serta dapat dibedakan dan diukur konsentrasi dalam sampel (Abd Mutualib *et al.*, 2017).

2.13.5 Analisis Luas Permukaan dan Pori

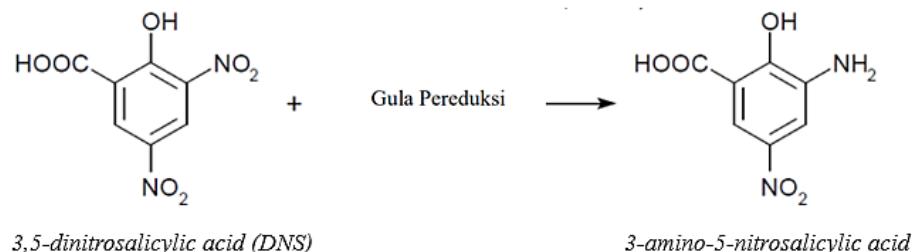
Luas permukaan, volume pori, dan ukuran pori dapat dianalisis secara spesifik menggunakan metode BET. Metode ini dapat memberikan penjelasan mengenai adsorpsi fisik molekul gas pada suatu permukaan padat. Prinsip kerja alat ini menggunakan mekanisme adsorpsi gas pada permukaan suatu bahan padat pada berbagai tekanan dan suhu yang konstan (isoterm) (Shaji and Zachariah, 2017). Pada umumnya, gas yang digunakan berupa helium dalam ukuran mikropori ($< 20 \text{ \AA}$), nitrogen dalam ukuran mesopori (20-500 \AA), dan argon dalam ukuran makropori ($> 500 \text{ \AA}$). Analisis diawali dengan memasukkan sejumlah volume gas yang diketahui kedalam tabung sampel, sensor tekanan akan memberikan data tekanan proses yang bervariasi. Data volume gas yang dimasukkan yang telah diketahui jumlahnya. Data hasil kenaikan tekanan dibuat dalam persamaan sebagai hasil analisis (Rosyid *et al.*, 2012).

2.14 Analisis Konversi Selulosa

2.14.1 Metode DNS (3,5-asam dinitrosalisilat)

Penentuan gula pereduksi dapat dilakukan menggunakan 3,5-asam dinitrosalisilat (DNS). Metode ini digunakan untuk mengetahui adanya gugus karbonil. 3,5-asam dinitrosalisilat (DNS) merupakan senyawa aromatik akan bereaksi dengan gula reduksi pada sampel yang akan diuji. Gugus aldehid bebas pada gula pereduksi akan membentuk kompleks 3- amino-5 dinitro asam salisilat yang berwarna.

Kemudian dideteksi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 550 nm (Safari *et al.*, 2017). Adapun reaksi reduksi DNS ditunjukkan pada Gambar 17.

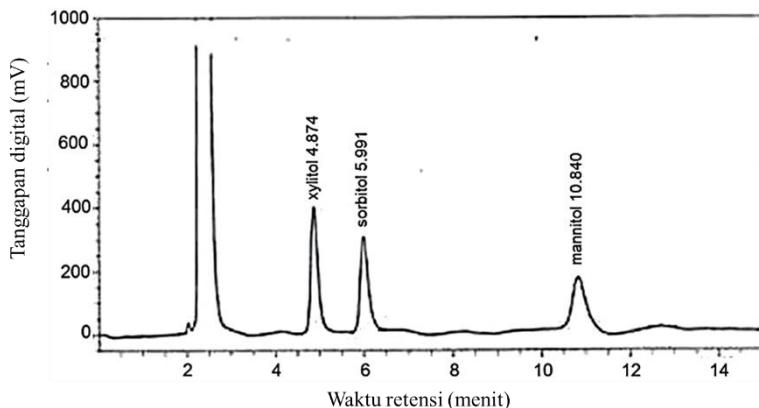


Gambar 17. Reduksi DNS (Kolo and Sine, 2019).

2.14.2 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Kromatografi merupakan salah satu cara pemisahan untuk mengidentifikasi dan menentukan kadar tiap komponen dari suatu campuran berdasarkan perbedaan pola pergerakan antara fase gerak berupa zat gas atau zat cair dan fase diam (kolom) berupa zat cair. KCKT menggunakan dua fase kerja yaitu fase gerak (*mobile phase*) dan fase diam (*stationary phase*). Fase gerak berupa cairan atau pelarut yang berfungsi untuk membawa komponen campuran menuju detektor sedangkan fase diam adalah fase tetap didalam kolom berupa partikel dengan pori yang kecil dan memiliki area permukaan tinggi (Angraini dan Desmaniar, 2020). Prinsip pemisahan senyawa menggunakan KCKT adalah perbedaan distribusi

komponen diantara fasa diam dan fasa geraknya. Contoh hasil analisis KCKT terhadap gula alkohol disajikan pada Gambar 18.



Gambar 18. Analisis gula alkohol menggunakan KCKT (Situmeang *et al.*, 2019)

Gambar 18 menunjukkan semakin lama terdistribusi dalam fasa diam maka semakin lama waktu retensinya. KCKT digunakan untuk memperoleh informasi pembentukan sorbitol, manitol, dan xylitol setelah proses fotokatalitik. Berdasarkan gambar, lama waktu iradiasi akan meningkatkan produksi gula alkohol menggunakan fotokatalis LaCrO_3 yang dikalsinasi pada suhu 700 dan 800 °C.

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Mei - Desember 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Analisis XRD dan FTIR dilakukan di Universitas Negeri Padang (UNP). Analisis SEM-EDX dan metode *freeze dry* dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT), Universitas Lampung. Analisis band gap dengan DRS dan analisis luas permukaan BET dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Indonesia. Analisis hasil konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol menggunakan KCKT dilakukan di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN).

3.2 Alat dan Bahan

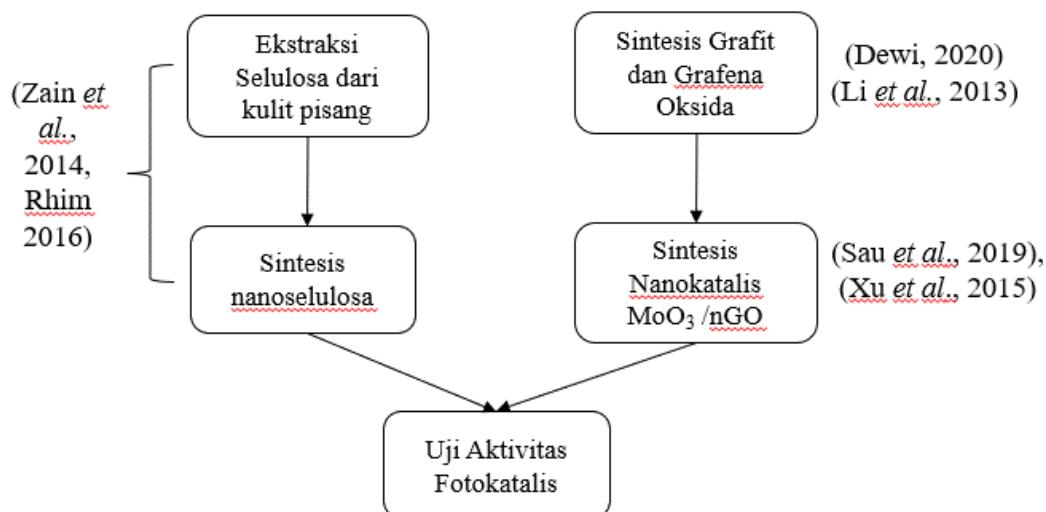
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah XRD PANalytical, FTIR PANalytical, DRS Shimadzu UV – 2450, spektrofotometer UV-VIS Agilent Technologies, KCKT Shimadzu LC-2030C 3D, SEM-EDX ZEISS EVO 10, neraca analitik Ainsworth AA-160 Denver Instrument CompanyTM, sentrifus 17250-10-Centrifuge Cole ParmerTM, *hotplate stirrer* CB162 StuartTM, oven Innotech, pH meter MetroHMTM 827, *freeze dryer* FD-10- MTP Labfreeze Instrument Co Ltd, *furnace* Barnstead Internasional PH44X1 type 1300, seperangkat alat laboratorium, seperangkat alat refluks, reaktor fotokatalitik, desikator, dan ultrasonikasi D68H.

Adapun bahan-bahan yang digunakan adalah ammonium molibdat $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, HCl , H_2SO_4 , NaNO_3 , KMnO_4 dibeli dari Merck TM, H_2O_2 , NH_4 cair, NH_4OH 1M, NaOH , NaClO_2 , HNO_3 , akuades, asam sitrat monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$),

kulit pisang kepok dan bonggol jagung yang dibeli dari pasar untung, pH indikator, gas hidrogen (BOC 99,99%) yang dibeli dari PT. Wisnu Presetya Manunggal, dan reagen DNS.

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu sintesis nano grafena oksida, sintesis nanokatalis MoO₃/nGO, dan sintesis nanoselulosa. Adapun skema pada penelitian ini seperti pada Gambar 19.



Gambar 19. Skema penelitian.

3.3.1 Preparasi Nanokatalis MoO₃/nGO

3.3.1.1 Preparasi Grafit

Preparasi grafit dimulai dengan karbonisasi serbuk bonggol jagung. Bahan yang telah didapatkan dicuci bersih, dipotong hingga kecil, dan dilakukan penjemuran di bawah sinar matahari. Kemudian dikeringkan di dalam oven selama 1,5 jam dengan suhu 100 °C. Selanjutnya dihaluskan menggunakan alat penggiling sampai benar-benar halus. Serbuk bonggol jagung dimasukkan ke dalam cawan krus

sebanyak ±12,5 gram dan dipanaskan di dalam *furnace* selama 2 jam dengan suhu 350 °C dan *heating rate* 10 °C/menit. Arang yang diperoleh dimasukkan ke dalam desikator selama 15 menit dan dihaluskan menggunakan mortar agar dapat digunakan dalam tahap selanjutnya (Dewi, 2020). Sebanyak 5 gram arang hasil karbonisasi dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 1000 mL, kemudian ditambahkan 500 mL akuades dan dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm. Ditambahkan larutan FeCl₃.6H₂O sebanyak 4 mL dan dinaikkan putaran *magnetic stirrer* hingga 900 rpm. Kemudian diubah derajat keasaman dari larutan hingga mendekati pH 2 dengan penambahan HCl 1M secara perlahan. Selanjutnya pengadukan dilanjutkan selama 5 jam menggunakan suhu 60 °C. Kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm hingga endapan yang didapatkan mencapai pH ~7. Hasil endapan dioven pada suhu 50 °C selama 8 jam dan dilanjutkan dengan suhu 110 °C selama 5 jam. Kemudian sampel yang telah di oven dimasukkan ke dalam desikator untuk didinginkan (Dewi, 2020).

3.3.1.2 Preparasi Grafena Oksida

Langkah awal dalam pembuatan grafena oksida ialah, penambahan 2,5 gram NaNO₃ dan 5 gram grafit ke dalam gelas beaker. Selanjutnya ditambahkan H₂SO₄ pekat (98%) sebanyak 120 mL, dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer*, dan didinginkan menggunakan *ice bath* hingga suhu di bawah 10 °C. Kemudian ditambahkan 15 gram KMnO₄ ditambahkan secara bertahap sambil diaduk dan suhu campuran dipertahankan di bawah 10 °C dan diaduk selama 3 jam pada suhu 35 °C. Selanjutnya ditambahkan 300 mL akuades diikuti 15 mL larutan H₂O₂ 30% sambil diaduk selama 10 menit. Suspensi tersebut kemudian disentrifugasi dengan larutan HCl 5% dan dicuci menggunakan akuades secara berulang untuk menghilangkan ion sulfat. Endapan yang terkumpul didispersikan dalam 450 mL air akuades dan disonifikasi selama 2 jam. Selanjutnya, suspensi dioven hingga kering pada suhu 60 °C selama 5 jam (Li *et al.*, 2013).

3.3.1.3 Sintesis Nanokatalis MoO₃/nGO

Padatan ammonium molibdat sebanyak 6,2 gram dilarutkan dalam akuades sebanyak 200 mL dan dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit untuk melarutkan prekursor. Kristal asam sitrat monohidrat (C₆H₈O₇.H₂O) ditambahkan sebanyak 1 gram diaduk hingga larut menggunakan *magnetic stirrer* dan dipanaskan hingga suhu 60 °C. Kemudian ditambahkan amonium hidroksida (NH₄OH) 1 M ke dalam larutan dengan pengadukan konstan untuk menjaga pH larutan mencapai pH 7 atau 8 dan membentuk terbentuk gel yang kental.

Campuran tersebut kemudian dipanaskan dalam oven sampai suhu 120 °C selama 8 jam dan didapatkan berupa bubuk putih. Serbuk tersebut kemudian dipanaskan pada suhu 500 °C selama 4 jam (Sau *et al.*, 2019). Pembuatan MoO₃/nGO, dilakukan tiga variasi perbandingan antara MoO₃ dengan nGO yaitu (0.5;1, 0.25;1, dan 0.125;1), disiapkan dengan suspensi larutan homogen nGO yang didispersikan ke dalam 5 mL akuades. Kemudian ditambahkan MoO₃ sesuai variasi lalu di ultrasonikasi selama 45 menit dan dipanaskan dalam oven dengan suhu 90 °C (Xu *et al.*, 2015).

3.3.2 Karakterisasi Nanokatalis MoO₃/nGO

3.3.2.1 Analisis Struktur

Penentuan struktur dan ukuran kristal dilakukan dengan menggunakan XRD. Berkas sinar-X yang ditembakkan ke sampel menggunakan radiasi Cu-K α ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$, 30 mA, dan 40 kV) dan dipantulkan sehingga membentuk sudut rentang 2θ dari 10° hingga 90° dengan *step size* 0,02°/menit sebagai dasar pembentuk dari grafik difraktogram. Alat perekam akan merekam intensitas pantulan sinar untuk tiap sudut tertentu sehingga akan terbentuk puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram. Kemudian hasil yang didapatkan akan diolah terlebih dahulu menggunakan *software* Originlab dan menggunakan program Crystalimpact MACTH! dengan standar file data yang terdapat dalam dengan database

Crystallography Open Database. Ukuran partikel dihitung menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*.

3.3.2.2 Analisis Morfologi dan Komposisi Unsur Nanokatalis

Katalis yang telah disintesis dilakukan analisis SEM untuk mengetahui morfologi dan luas permukaan dalam katalis. Komposisi nanokatalis hasil impregnasi akan diketahui melalui EDX. Prinsip kerja dalam EDX, bahwa tidak ada unsur yang memiliki spektrum emisi sinar-X yang sama serta dapat dibedakan dan diukur konsentrasinya dalam sampel (Bearden, 1967).

3.3.2.3 Analisis Gugus Fungsi

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dari hasil sintesis nGO dan Katalis dengan *range* panjang gelombang dari 400-4000 cm⁻¹. Kemudian hasil yang didapatkan diolah menggunakan aplikasi OriginLab untuk mengetahui puncak serapan IR yang spesifik yang menunjukkan jenis gugus fungsional.

3.3.2.4 Analisis Energi Band-Gap

Analisis band gap (Eg) dilakukan dengan menggunakan DRS. Pada metode ini, bahan yang terdiri banyak partikel disinari dengan cahaya ultraviolet dan sinar tampak. Sebagian cahaya akan menembus sampel dan sebagian yang lain akan dipantulkan oleh permukaan partikel. Band gap yang dihasilkan dari katalis sendiri bekisar antara 1,5 hingga 3 eV (Ameta *et al.*, 2018).

3.3.2.5 Analisis Luas permukaan

Nanokatalis hasil sintesis dianalisis menggunakan BET untuk mengetahui luas permukaannya. Disiapkan sebanyak 0,3 gram untuk analisis luas permukaan. Analisis diawali memasukkan sejumlah volume gas berupa nitrogen (N_2) yang diketahui kedalam tabung sampel, sensor tekanan memberikan data tekanan proses yang bervariasi (Rosyid *et al.*, 2012).

3.3.3 Preparasi Nanoselulosa

3.3.3.1 Ekstraksi Selulosa Dari Kulit Pisang Kepok

Selulosa diekstraksi terlebih dahulu dengan cara memotong kulit pisang kepok kuning menjadi ukuran yang lebih kecil. Kemudian potongan kulit pisang dicuci hingga bersih serta dijemur di bawah sinar matahari langsung. Kulit pisang yang telah kering digiling dan diayak hingga halus. Selanjutnya 50 gram bubuk kulit pisang yang diperoleh dimasukkan ke dalam labu bulat 500 mL dan ditambahkan larutan NaOH 4%. Selanjutnya campuran ini direfluks pada temperatur 100-120 °C selama 2 jam. Hasil dari proses refluks tersebut disaring dan dicuci menggunakan akuades beberapa kali untuk memisahkan lignin dan hemiselulosa. Kemudian dilanjutkan dengan proses *bleaching*, langkah awal yang memasukkan selulosa pada labu bundar dan ditambahkan 400 mL larutan NaClO 5,25% serta buffer asetat (pH 5). Kemudian campuran tersebut direfluks pada temperatur 110-130 °C selama 4 jam. Padatan putih yang terbentuk didinginkan dan dicuci menggunakan akuades. Selulosa yang didapatkan kemudian dikeringkan menggunakan *freeze-dryer* dengan suhu -39°C selama 24 jam (Shankar and Rhim, 2016; Zain *et al.*, 2014).

3.3.3.2 Pembuatan Nanoselulosa

Sebanyak 10 gram bubuk selulosa dimasukkan dalam labu bundar bervolume 1

L dan ditambahkan 200 mL larutan HNO₃ 50%. Kemudian larutan tersebut disonikasi selama 25 jam dan direfluks selama 45 menit dengan suhu 60°C sambil diaduk. Setelah itu ditambahkan akuabides sebanyak 200 mL pada larutan yang telah direfluks kemudian didinginkan. Selanjutnya sampel yang sudah didinginkan disentrifugasi selama 15 menit dengan kecepatan 3500 rpm dan dicuci hingga pH mendekati 7. Endapan hasil sentrifugasi dikeringkan menggunakan *freeze-dryer*. Nanoselulosa yang telah didapat, disimpan pada suhu 4°C sebelum digunakan (Shankar and Rhim, 2016; Zain *et al.*, 2014).

3.3.3.3 Analisis Derajat Kristalinitas Nanoselulosa

Analisis derajat kristalinitas dilakukan dengan menggunakan XRD. Sampel nanoselulosa dipindai dengan menggunakan monokromator sumber radiasi Cu-K_α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) dengan sudut 2θ dari $10\text{--}50^\circ$ dengan *scan step size* 0,02 dan waktu *scanning* 5 menit. Indeks kristalinitas dihitung pada puncak 200 (I_{002} , $2\theta = 22,6^\circ$) dan intensitas minimum di antara puncak 200 dan 110 (I_{am} , $2\theta = 18^\circ$) menggunakan metode Segal (Zain *et al.*, 2014). I_{002} menunjukkan material kristalin, sedangkan I_{am} menunjukkan material amorf. Derajat kristalinitas ditunjukkan pada Persamaan 6.

$$\text{Derajat Kristalinitas} = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

3.3.4 Uji Aktivitas Katalis MoO₃/nGO

Konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol yaitu, melarutkan sebanyak 0,5 gram nanoselulosa ke dalam 100 mL akuades dan diultrasonikasi selama 2 jam. Selanjutnya, larutan nanoselulosa ditambahkan dengan nanokatalis MoO₃/nGO sebanyak 0,1 gram dan dialirkan gas hidrogen dengan laju 10 mL/menit. Kemudian dipasangkan lampu sinar UV (60 Watt) dengan rentang jarak 10-15 cm posisi lampu sinar UV ke permukaan reaktor. Waktu proses irradiasi sinar UV pada konversi selulosa 60, 120, 180, 240, dan 300 menit.

Perlakuan yang sama dilakukan untuk uji blanko menggunakan aquades dan reagen DNS tanpa iradiasi sinar UV. Hal ini dilakukan untuk sebagai data pembanding dari hasil uji katalitik nanosesulosa menggunakan nanokatalis MoO₃/nGO dan iradiasi sinar UV. Hasil konversi nanoselulosa ini dianalisis secara kuantitatif.

3.3.5 Analisis Gula Alkohol Hasil Konversi

Analisis Kualitatif dilakukan dengan penambahan reagen DNS (asam 3,5-dinitrosalisilat) ke dalam hasil konversi dan dilihat kepekatan warna antar variasi. Analisis kuantitatif untuk hasil konversi dilakukan dengan menggunakan reagen DNS (asam 3,5-dinitrosalisilat) dan diukur nilai absorbansinya menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm. Sampel hasil konversi dimasukkan ke dalam tabung reaksi sebanyak 3 mL. Setelah itu ditambahkan 3 mL reagen DNS dan dipanaskan dalam penangas air dalam suhu 100 °C selama 10 menit. 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 Analisis Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Hasil uji katalitik dianalisis dengan menggunakan KCKT untuk mengetahui kandungan gula alkohol yang terbentuk dari hasil konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol. Analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan waktu retensi puncak yang muncul dari hasil konversi dengan puncak gula alkohol standar yang digunakan (sorbitol, manitol, dan xylitol). Analisis kuantitatif dilakukan dengan membuat kurva standar hubungan antara luas area dengan konsentrasi deret standar, kemudian memasukkan nilai luas area yang didapat dari sampel ke dalam kurva standar tersebut, hingga didapat konsentrasi glukosa dan gula alkohol dalam sampel.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, kesimpulan yang dapat diperoleh adalah sebagai berikut.

1. Nanoselulosa dari limbah kulit pisang kepok yang telah dipreparasi memiliki ukuran kristal sebesar 16,53 nm dan indeks kristalinitas sebesar 30%.
2. Grafena oksida telah dipreparasi menggunakan metode Hummer memiliki ukuran kristal sebesar 13,30 nm yang membuktikan ukuran nano.
3. Nanokatalis MoO_3/nGO (0,5:1, 0,25:1, dan 0,125:1) dipreparasi menggunakan ultrasonikasi menghasilkan katalis berukuran nano dengan ukuran kristal sebesar sebesar 34,07, 31,93, 27,82 nm.
4. Hasil uji kuantitatif menggunakan reagen DNS bahwa konversi nanoselulosa menjadi gula alkohol dengan konsentrasi terbesar 55,40 ppm pada waktu pemaparan 4 Jam.
5. Hasil analisis KCKT dari nanokatalis MoO_3/nGO dengan perbandingan 0,25 MoO_3/nGO aktif dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol berupa manitol pada waktu retensi 21,460 menit.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, adapun saran pada penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut :

1. Memastikan aliran gas H_2 tetap stabil pada saat uji aktivitas nanokatalis dalam mengkonversi nanoselulosa menjadi gula alkohol.

2. Melanjutkan uji konversi pada penelitian selanjutnya dengan irridasi sinar tampak sebagai pembanding hasil konversi dengan menggunakan irradiasi sinar UV.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Alotaibi, A. L., Altamimi, N., Howsawi, E., Elsayed, K. A., Massoudi, I., and Ramadan, A. E. 2021. Synthesis and Characterization of MoO₃ for Photocatalytic Applications. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*. Vol. 31(5), Hal. 2017–2029.
- Alfarisa, S., Rifai, D. A., and Toruan, P. L. 2018. Studi Difraksi Sinar-X Struktur Nano Seng Oksida (ZnO). *Risalah Fisika*. Vol. 2(2), Hal. 53–57.
- Altunal, V., Guckan, V., Ozdemir, A., and Yegingil, Z. 2020. A Calcination Study On Beo Ceramics for Radiation Dosimetry. *Materials Research Bulletin*, Hal. 1-15.
- Ameta, R., Solanki, M. S., Benjamin, S., and Ameta, S. C. 2018. Photocatalysis. *Advanced Oxidation Processes for Waste Water Treatment*. Hal 135–175.
- Angraini, N., and Desmaniar, P. 2020. Optimasi Penggunaan High Performance Liquid Chromatography (HPLC) untuk Analisis Asam Askorbat Guna Menunjang kegiatan Praktikum Bioteknologi Kelautan. *Jurnal Penelitian Sains*. Vol. 22(2), Hal. 69–75.
- Badan Pusat Statistik. 2019. *Produksi Pisang di Indonesia pada Tahun 2017-2019*. Kementerian Pertanian Republik Indonesia.
- Badan Pusat Statistik. 2015. *Produksi Jagung Menurut Provinsi (ton)*. Kementerian Pertanian Republik Indonesia.
- Bai, R. G., Muthoosamy, K., Manickam, S., and Hilal-Alnaqbi, A. 2019. Graphene-Based 3d Scaffolds In Tissue Engineering: Fabrication, Applications, and Future Scope In Liver Tissue Engineering. *International Journal of Nanomedicine*, Vol. 14, Hal. 5753–5783.
- Bearden, J. A. 1967. X-ray Wavelengths. *Reviews of Modern Physics*. Vol. 1, Hal. 86-99
- Betiku, E., and Ajala, S. O. 2014. Modeling And Optimization of Thevetia Peruviana (Yellow Oleander) Oil Biodiesel Synthesis Via Musa Paradisiacal (Plantain) Peels As Heterogeneous Base Catalyst: A Case of Artificial Neural Network Vs. Response Surface Methodology. *Industrial Crops and Products*. Vol. 53, Hal. 314–322.

- Bradder, P., Ling, S. K., Wang, S., and Liu, S. 2011. Dye Adsorption On Layered Graphite Oxide. *Journal of Chemical and Engineering Data*. Vol. 56(1), Hal. 138–141.
- Brigham, C. 2017. Biopolymers: Biodegradable Alternatives to Traditional Plastics. *Green Chemistry: An Inclusive Approach*. Hal. 753-770.
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, and Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*. Vol. 45(4), Hal. 289–299.
- Chaldun, E. R., Karina, M., and Purwasasmita, B. S. 2013. Bacterial Cellulose-Based Carbon Nanotubeby Catalytic Graphitization. *Advanced Materials Research*. Vol. 789, Hal. 232–236.
- Chiang, T. H., and Yeh, H. C. 2013. The Synthesis of α -MoO₃ by Ethylene Glycol. *Materials*. Vol. 6(10), Hal. 4609–4625.
- Chirayil, C. J., Mathew, L., and Thomas, S. 2014. Review of Recent Research in Nano Cellulose Preparation from Different Lignocellulosic Fibers. *Reviews on Advanced Materials Science*. Vol. 37(1–2), Hal. 20–28.
- Climent, M. J., Corma, A., and Iborra, S. 2011. Converting Carbohydrates To Bulk Chemicals And Fine Chemicals Over Heterogeneous Catalysts. *Green Chemistry*. Vol. 13(3), Hal. 520–540.
- Comite, A. 2017. Preparation of Silica Membranes by Sol-Gel Method. *Current Trends and Future Developments on (Bio-) Membranes: Silica Membranes: Preparation, Modelling, Application, and Commercialization*. Hal. 3-23.
- Cullity, B. D. 1978. Elements of X-Ray Diffraction, 2nd Edition. *Addison-Wesley Publishing Co. Reading MA*. Hal. 277-279.
- Delgado-Arcaño, Y., Mandelli, D., Carvalho, W. A., and Pontes, L. A. M. 2021. Valorization of Corncob by Hydrolysis-Hydrogenation to Obtain Xylitol Under Mild Conditions. *Waste and Biomass Valorization*. Vol. 12(9), Hal. 5109–5120.
- Dewi, K. 2020. *Sintesis dan Karakterisasi Natural Graphite dan Graphite Oxide (GO) dari Limbah Tongkol Jagung*. Skripsi. Universitas Pertamina. Jakarta
- El-Khodary, S. A., El-Enany, G. M., El-Okr, M., and Ibrahim, M. 2014. Preparation and Characterization of Microwave Reduced Graphite Oxide for High-Performance Supercapacitors. *Electrochimica Acta*. Vol. 150, Hal. 269–278.
- Fadhel, A. Z., Pollet, P., Liotta, C. L., and Eckert, C. A. 2010. Combining The Benefits of Homogeneous and Heterogeneous Catalysis With Tunable Solvents and Nearcritical Water. *Molecules*. Vol. 15(11), Hal. 8400–8424.

- Faraldos, M., and Bahamonde, A. 2018. Multifunctional Photocatalytic Coatings for Construction Materials. *Nanotechnology in Eco-efficient Construction: Materials, Processes and Applications*. Hal. 557-589.
- Febriati, E., Sari, F. N., Firdayanti, E., Ashari, I. M., and Mulyanti, H. 2019. Optimalisasi Pemanfaatan Limbah Bonggol Jagung untuk Budidaya Jamur Merang Bagi Pemuda Desa Tambakmerak Kabupaten Bojonegoro. *Jurnal Abdimas Berdaya : Jurnal Pembelajaran, Pemberdayaan Dan Pengabdian Masyarakat*. Vol. 2(2).
- Grembecka, M. 2015. Sugar Alcohols Their Role in The Modern World of Sweeteners: A Review. *European Food Research and Technology*, Vol. 241(1).
- Grembecka, M. 2018. Sugar Alcohols. *Encyclopedia of Food Chemistry*. Hal 265-275.
- Hariyadi, P. 2013. Freeze Drying Technology: for Better Quality & Flavor of Dried Products. *Foodreview Indonesia*. Vol. 8(2), Hal. 52–57.
- Hartanto, S., and Ratnawati. 2010. Pembuatan Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa Sawit dengan Metode Aktivasi Kimia. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 12(1), Hal. 12–16.
- Hidayati, F. C., Masturi, and Yulianti, I. 2016. Purification of Used Cooking Oil (Used) by Using Corn Charcoal. *JIPF (Journal of Physics Education)*. Vo1. 2, Hal. 67–70.
- Hou, Y., Lv, S., Liu, L., and Liu, X. 2020. High-Quality Preparation of Graphene Oxide Via The Hummers' Method: Understanding The Roles of The Intercalator, Oxidant, And Graphite Particle Size. *Ceramics Internasional*. Vol. 46(2), Hal. 2392–2402.
- Iftitah, E., Muchalal, Trisunaryanti, W., and Armunanto, R. 2013. Karakterisasi Dan Aktivitas Katalitik Berbagai Variasi Komposisi Katalis Ni dan Znbr₂ Dalam Γ -Al₂O₃ Untuk Isomerisasi dan Hidrogenasi (R)-(+)-Sitronelal. *Jurnal Mipa UNNES*. Vol. 36(1), Hal. 60–69.
- Irawan, D., and Arifin, Z. 2012. Sintesa Gula Dari Sampah Organik Dengan Proses Hidrolisis Menggunakan Katalis Asam. *Reaktor*. Vol. 14(2), Hal. 118.
- Jap, J. W., Harmita, and Suryadi, H. 2014. Optimasi Analisis Campuran Manitol, Sorbitol, dan Xylitol Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Jurnal Universitas Indonesia*, Hal. 1–15.
- Kanakaraju, D., Jasni, M. A. A., and Lim, Y. C. 2021. A Highly Photoresponsive And Efficient Molybdenum-Modified Titanium Dioxide Photocatalyst For The Degradation of Methyl Orange. *International Journal of Environmental Science and Technology*. Vol. 2, : Hal. 5579–5594.

- Kaushal, S., Kaur, N., Kaur, M., and Singh, P. P. 2020. Dual-Responsive Pectin/Graphene Oxide (Pc/GO) Nano-Composite as An Efficient Adsorbent for Cr (III) Ions And Photocatalyst for Degradation of Organic Dyes In Waste Water. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. Hal. 1-11.
- Keeling, J. L., and Keeling, J. 2018. Graphite: Properties, Uses and South Australian Resources. *28 MESA Journal*. Vol. 84(3), Hal. 2017–2020.
- Khan, S. A., Khan, S. B., Khan, L. U., Farooq, A., Akhtar, K., and Asiri, A. M. 2018. Fourier Transform Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Application In Functional Groups and Nanomaterials Characterization. *Handbook of Materials Characterization*. Hal. 317–344.
- 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*. Hal. 1-9.
- Kolo, S. M. D., and Sine, Y. 2019. Produksi Bioetanol dari Ampas Sorgum Lahan Kering dengan Perlakuan Awal Microwave Irradiasi. *Jurnal Saintek Lahan Kering*. Vol. 2(2), Hal. 39–40.
- Kumar, R. B. 2012. A review On Freeze Drying Process and Technologies. *International Journal of Pharmacy and Technology*. Vol. 4(3), Hal. 2215–2243.
- Lestar, S. E. P., and Kusumawati, D. H. 2019. Pengaruh Variasi Waktu dan Suhu Ultrasonik Terhadap Perubahan Gugus Fungsi Grafit. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*. Vol. 08, Hal. 11–14.
- Lestari, H. D., Subagjo, S., and Makertihartha, I. 2018. Sintesis katalis Nimo untuk Hydrotreating Coker Nafta. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. Vol. 5(1), Hal. 365–373.
- Li, F., Zhao, D. L., Bai, L. Z., and Zhang, D. D. 2013. Fabrication of Nano Hollow Graphene Oxide Spheres Via Water-in-Oil Emulsion. *Applied Mechanics and Materials*. Vol. 320, Hal. 540–543.
- Liu, Y., Chen, L., Wang, T., Xu, Y., Zhang, Q., Ma, L., Liao, Y., and Shi, N. 2014. Direct Conversion of Cellulose Into C6 Alditols Over Ru/C Combined With H+-Released Boron Phosphate in An Aqueous Phase. *RSC Advances*. Vol. 4(94), Hal. 52402–52409.
- Manalu, H. V., Wibisono, Y., and Indriani, D. W. 2020. Hidrolisis Hemiselulosa pada Kulit Pisang Ambon Hong (*Musa Acuminata*) Menggunakan Katalis Asam Sulfat (H_2SO_4) pada Produksi Xilosa. *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis Dan Biosistem*. Vol. 8(1), Hal. 46–56.
- Marques, C., Tarek, R., Sara, M., and Brar, S. K. 2016. Sorbitol Production from

- Biomass and Its Global Market. *Platform Chemical Biorefinery*. Hal. 217–227.
- Matveeva, V. G., Sulman, E. M., Manaenkov, O. V., Filatova, A. E., Kislitza, O. V., Doluda, V. Y., Rebrov, E. V., Sidorov, A. I., and Shimanskaya, E. I. 2016. Cellulose Hydrogenolysis With The Use of The Catalysts Supported On Hypercrosslinked Polystyrene. *AIP Conference Proceedings*. Vol. 12, Hal. 133–140.
- Michel-Cuello, C., Juárez-Flores, B. I., Aguirre-Rivera, J. R., and Pinos-Rodríguez, J. M. 2008. Quantitative Characterization of Nonstructural Carbohydrates Of Mezcal Agave (Agave Salmiana Otto Ex Salm-Dick). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Vol. 56(14), Hal. 5753–5757.
- Mie, G. 2020. A Contribution To The Optics of Turbid Media. *Tutorium Genetik*. Vol. 12, Hal. 109–133.
- Modan, E. M., and Plăiașu, A. G. 2020. Advantages and Disadvantages of Chemical Methods in the Elaboration of Nanomaterials. *The Annals of "Dunarea de Jos" University of Galati. Fascicle IX, Metallurgy and Materials Science*. Vol. 43(1), Hal. 53–60.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., and Ragadhita, R. 2019. How To Read And Interpret Ftir Spectroscopic of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*. Vol. 4(1), Hal. 97–118.
- Nasution, H., Ellsworth, and Wijaya, F. 2020. Optimasi Suhu Hidrolisis dan Konsentrasi Asam Sulfat dalam Pembuatan Nanoselulosa Berbahan Dasar Serat Batang Pisang Kepok (*Musa acuminata x balbisiana*). *Jurnal Teknik Kimia USU*. Vol. 1, Hal. 1–6.
- Pei, S., and Cheng, H. M. 2012. The Reduction of Graphene Oxide. *Carbon*, 50(9), : 3210–3228.
- Pertiwi, E.S. 2017. *Konversi Nanoselulosa Menjadi Gula Alkohol dengan Menggunakan Nanofotokatalis LaCr_{0,99}Mo_{0,01}O₃ yang Diiradiasi Sinar UV*. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Peterson, M. E. 2013. Xylitol. *Topics in Companion Animal Medicine*. Vol. 28(1), Hal. 18–20.
- Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., and Guan, G. 2018. Nanocellulose: Extraction and Application. *Carbon Resources Conversion*, 1(1), : 32–43.
- Ray, S. C. 2015. Application and Uses of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide. *Applications of Graphene and Graphene-Oxide Based Nanomaterials*. Hal. 39–55.

- Richards, H. L., Baker, P. G. L., and Iwuoha, E. 2012. Metal Nanoparticle Modified Polysulfone Membranes for Use in Wastewater Treatment: A Critical Review. *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*. Vol. 2(3), Hal. 183–193.
- Rodrigues, S., Marques, M., Suárez-Ruiz, I., Camean, I., Flores, D., and Kwiecinska, B. 2013. Microstructural Investigations of Natural And Synthetic Graphites And Semi-Graphites. *International Journal of Coal Geology*. Vol. 111, Hal. 67–79.
- Rosyid, M., Nawangsih, E., and Dewita. 2012. Perbaikan surface area analyzer nova-1000 (alat penganalisis luas permukaan serbuk). *Prosiding Seminar Penelitian Dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*. Hal. 467–471.
- Safari, S., Bahri, S., Soekarno Hatta, J., and Bumi Tadulako Tondo Palu, K. 2017. Utilization of Corn Husk (*Zea mays*) for Glucose Production Using *Trichoderma* sp. *Kovalen*. Vol. 3(1), Hal. 17–23.
- Santiago, A., and Moreira, R. 2020. Drying of edible seaweeds. *Sustainable Seaweed Technologies*. Elsevier Inc.
- Sau, S., Chakraborty, S., Das, T., and Pal, M. 2019. Ethanol Sensing Properties of Nanocrystalline α -MoO₃. *Frontiers in Materials*. Vol 6, Hal. 1–6.
- Selyunina, L. A., Mishenina, L. N., Mashkova, K. P., and Slizhov, Y. G. 2016. Sol-gel synthesis and sorption properties of calcium monoaluminate. *Russian Journal of Applied Chemistry*. Vol. 89(3), Hal. 394–399.
- Shaji, A., and Zachariah, A. K. 2017. Surface Area Analysis of Nanomaterials. *Thermal and Rheological Measurement Techniques for Nanomaterials Characterization*. Vol. 3, Hal. 197-231.
- Shankar, S., and Rhim, J. W. 2016. Preparation of nanocellulose from micro-crystalline cellulose: The effect On The Performance and Properties of Agar-Based Composite Films. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 135, Hal. 18–26.
- Sing, K. S. W., and Williams, R. T. 2004. Physisorption Hysteresis Loops and The Characterization of Nanoporous Materials. *Adsorption Science and Technology*. Vol. 22(10), Hal. 773–782.
- Siqueira, J. R., and Oliveira, O. N. 2017. Carbon-based nanomaterials. *Nanostructures*. Hal. 233–249.
- Situmeang, R., Romiyati, R., Saputra, A. A., and Sembiring, S. 2020. Ni_{0.5}V_{0.5}Fe₂O₄ Nanophotocatalyst: Preparation, Characterization and its Activity on Remazol Golden Yellow Degradation under Sunlight Irradiation. *Key Engineering Materials*. Hal. 71–78.
- 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*, Vol. 10(1), Hal.1-8.
- Soesilo, D., Santoso, R. E., and Diyatri, I. 2005. Peranan sorbitol dalam mempertahankan kestabilan pH saliva pada proses pencegahan karies. *Majalah Kedokteran Gigi (Dent. J)*. Vol.38(1), Hal. 1-25.
- Sungur, S., and Kilboz, Y. 2016. Determination of Sugar Profiles of Sweetened Foods and Beverages. *Journal of Food and Nutrition Research*. Vol. 4(6), Hal. 349–354.
- Syakir, N., Nurlina, R., Anam, S., Aprilia, A., Hidayat, S., and -, F. 2015. Kajian Pembuatan Oksida Grafit untuk Produksi Oksida Grafena dalam Jumlah Besar (Halaman 26 s.d. 29). *Jurnal Fisika Indonesia*. Vol. 19(56), Hal. 26–29.
- Tatarchuk, T., Bououdina, M., Macyk, W., Shyichuk, O., Paliychuk, N., Yaremyi, I., Al-Najar, B., and Pacia, M. 2017. Structural, Optical, and Magnetic Properties of Zn-Doped CoFe₂O₄ Nanoparticles. *Nanoscale Research Letters*. Vol 12(1).
- Tauc, J., Grigorovici, R., and Vancu, A. 1966. Optical Properties and Electronic Structure of Amorphous Germanium. *Physica Status Solidi (B)*. Vol 15(2), Hal. 627–637.
- Taufantri, Y., Irdhwati, I., and Asih, I. A. R. A. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Grafena dengan Metode Reduksi Grafit Oksida Menggunakan Pereduksi Zn. *Jurnal Kimia VALENSI*. Vol. 2(1), Hal. 17–23.
- Tsai, W. T., Chang, C. Y., Wang, S. Y., Chang, C. F., Chien, S. F., and Sun, H. F. 2001. Cleaner Production Of Carbon Adsorbents by Utilizing Agricultural Waste Corn Cob. *Resources, Conservation and Recycling*. Vol. 32(1), Hal. 43–53.
- Ur-Rehman, S., Mushtaq, Z., Zahoor, T., Jamil, A., and Murtaza, M. A. 2015. Xylitol: A Review on Bioproduction, Application, Health Benefits, and Related Safety Issues. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. Vol. 55(11), Hal. 1514–1528.
- Verma, S., and Dutta, R. K. 2015. A facile Method of Synthesizing Ammonia Modified Graphene Oxide For Efficient Removal of Uranyl Ions From Aqueous Medium. *RSC Advances*. Vol. 5(94), Hal. 77192–77203.
- Visca, R., Dewi, M. N., Liviani, A., and Satriawan, B. D. 2022. Characterization of FTIR in Graphite from Palm Oil Waste with Ferric Chloride Catalyst. *Interdisciplinary Social Studies*. Vol. 1(11), Hal. 2020–2023.
- Wang, S., Sun, H., Ang, H. M., and Tadé, M. O. 2013. Adsorptive Remediation of Environmental Pollutants Using Novel Graphene-Based Nanomaterials.

- Chemical Engineering Journal.* Hal. 336–347.
- Wassel, A. R., El-Naggar, M. E., and Shoueir, K. 2020. Recent Advances In Polymer/Metal/Metal Oxide Hybrid Nanostructures For Catalytic Applications: A Review. *Journal of Environmental Chemical Engineering.* Vol. 8(5).
- Wattanapaphawong, P., Reubroycharoen, P., and Yamaguchi, A. 2017. Conversion of Cellulose Into Lactic Acid Using Zirconium Oxide Catalysts. *RSC Advances.* Vol 7(30), Hal. 18561–18568.
- Wijayanto, S. O., and Bayuseno, A. . 2014. Analisis Kegagalan Material Pipa Ferrule Nickel Alloy N06025 Pada Waste Heat Boiler Akibat Suhu Tinggi Berdasar Kan Pengujian : Mikrografi dan Kekerasan. *Jurnal Teknik Mesin.* Vol. 2(1), Hal. 33–39.
- Wissler, M. 2006. Graphite and carbon powders for electrochemical applications. *Journal of Power Sources.* Vol. 156(2), Hal. 142–150.
- Wulandari, W. T., Rochliadi, A., and Arcana, I. M. 2016. Nanocellulose Prepared By Acid Hydrolysis of Isolated Cellulose From Sugarcane Bagasse. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering,* Vol. 107(1).
- Xi, J., Zhang, Y., Xia, Q., Liu, X., Ren, J., Lu, G., and Wang, Y. 2013. Direct Conversion of Cellulose Into Sorbitol With High Yield By A Novel Mesoporous Niobium Phosphate Supported Ruthenium Bifunctional Catalyst. *Applied Catalysis A: General.* Vol. 459, Hal. 52–58.
- Xu, H., Zeng, M., and Li, J. 2015. Graphene-Wrapped Cr₂O₃ Hollow Nanospheres With Enhanced Electrochemical Performances For Lithium-Ion Batteries. *International Journal of Electrochemical Science.* Vol. 10(9), Hal. 7361–7370.
- Yu, H., Zhang, B., Bulin, C., Li, R., and Xing, R. 2016. High-efficient Synthesis of Graphene Oxide Based on Improved Hummers Method. *Scientific Reports.* Vol. 6, Hal. 1–7.
- Yu, J., Zhao, Y., and Li, Y. 2014. Utilization of corn cob biochar in a direct carbon fuel cell. *Journal of Power Sources.* Hal. 312–317.
- Zain, N. F. M., Yusop, S. M., and Ahmad, I. 2014. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose from Pomelo (*Citrus grandis*) Albedo. *Journal of Nutrition & Food Sciences.* Vol. 5(1), Hal. 10–13.