

**SINTESIS ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE*
BAGASSE ASH (SCBA) MENGGUNAKAN PATI SEBAGAI *GREEN*
TEMPLATE UNTUK KATALIS DALAM HIDROLISIS SELULOSA
BIOMASSA SEKAM PADI**

(Tesis)

Oleh

AZIZAH DEWI WAHYU NINGRUM

NPM 2127011012



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

**SINTESIS ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE*
BAGASSE ASH (SCBA) MENGGUNAKAN PATI SEBAGAI *GREEN*
TEMPLATE UNTUK KATALIS DALAM HIDROLISIS SELULOSA
BIOMASSA SEKAM PADI**

Oleh
AZIZAH DEWI WAHYU NINGRUM

Tesis

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
MAGISTER SAINS

Pada

Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023

ABSTRAK

SINTESIS ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE BAGASSE ASH* (SCBA) MENGGUNAKAN PATI SEBAGAI *GREEN TEMPLATE* UNTUK KATALIS DALAM HIDROLISIS SELULOSA BIOMASSA SEKAM PADI

Oleh

AZIZAH DEWI WAHYU NINGRUM

Pada penelitian ini telah melakukan sintesis zeolit H-ZSM-5 pori hirarki berbasis silika abu ampas tebu (SCBA) dengan penggunaan pati sebagai *green template* dalam peningkatan kinerja katalitik pada hidrolisis selulosa sekam padi. Karakterisasi silika dari abu ampas tebu menunjukkan silika memiliki fasa amorf, didominasi kandungan silika (SiO_2) dan alumina (Al_2O_3) sebesar 79,5% dan 18,139% yang mengkonfirmasi kehadiran gugus fungsi silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si). Sintesis ZSM-5 SCBA pori hierarki menggunakan pati sebagai *green template* dengan penambahan benih ZSM-5 melalui metode hidrotermal pada suhu 180 °C selama 144 jam berhasil diperoleh dengan luas permukaan 94,5 m^2/g dan *pore size distribution* (PSD) 2,31 nm. Sintesis ZSM-5 SCBA tanpa *template* dilakukan sebagai perbandingan. Karakterisasi ZSM-5 dengan dan tanpa *green template* menggunakan XRD menunjukkan fasa kristalin dengan kristalinitas sebesar 79,25% dan 76,33%, masing-masing. Keberadaan kedua sampel sebagai fasa kristalin didukung melalui hasil analisis SEM yang menggambarkan perbedaan morfologi dipengaruhi penggunaan pati menghasilkan zeolit berbentuk partikel kecil berupa agregat yang relatif seragam dan bentuk *bulky*. Penggunaan H-ZSM-5 SCBA dengan *green template* sebagai katalis dapat memperoleh persen konversi selulosa menjadi glukosa sebesar 69,2% dengan kondisi optimum reaksi yaitu suhu 140 °C selama 2 jam dengan perbandingan katalis/selulosa 1:4. Hasil ini lebih baik dari persen konversi yang dihasilkan dengan penggunaan katalis H-ZSM-5 tanpa *green template*.

Kata Kunci: Silika SCBA, ZSM-5 hirarki, *green template*, hidrolisis, sekam padi

ABSTRACT

SYNTHESIS OF ZSM-5 PORE HIERARCHIES BASED ON SILICA SUGARCANE BAGASSE ASH (SCBA) USING STARCH AS A GREEN TEMPLATE FOR CATALYST IN THE HYDROLYSIS OF CELLULOSE RICE HUSK BIOMASS

By

AZIZAH DEWI WAHYU NINGRUM

In this study, the synthesis of hierarchical zeolite H-ZSM-5 based on bagasse ash (SCBA) silica with starch as a green template has been carried out to improve catalytic performance in the hydrolysis of rice husk cellulose. Characterization of silica from bagasse ash showed that silica has an amorphous phase dominated by silica (SiO₂) and alumina (Al₂O₃) content of 79.5% and 18.139%, respectively, which confirmed the presence of silanol functional groups (Si-OH) and siloxane groups (Si-O-Si). Using starch as a green template, ZSM-5 seeds were added by the hydrothermal method at 180 °C for 144 hours, yielding ZSM-5 SCBA hierarchical pores with a surface area of 94.5 m²/g and a pore size distribution (PSD) of 2.31 nm. ZSM-5 SCBA synthesis without a template was performed as a comparison. Characterization of ZSM-5 with and without a green template using XRD showed a crystalline phase with a crystallinity of 79.25% and 76.33%, respectively. The results of SEM examination, which show the changes in morphology caused by the use of starch to produce zeolite in the form of microscopic particles in aggregates that are rather homogeneous and bulky in shape, provide evidence that both samples exist as crystalline phases. Under ideal conditions, which include 140 °C for two hours and a catalyst/cellulose ratio of 1:4, the use of H-ZSM-5 SCBA with a green template as a catalyst can convert cellulose to glucose at of 69.2%. Compared to employing the H-ZSM-5 catalyst without the green template, this result is better in terms of % conversion.

Keyword: Silica SCBA, ZSM-5 hierarchy, green template, hydrolysis, rice husk

Judul Tesis : SINTESIS ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE BAGASSE ASH* (SCBA) MENGGUNAKAN PATI SEBAGAI *GREEN TEMPLATE* UNTUK KATALIS DALAM HIDROLISIS SELULOSA BIOMASSA SEKAM PADI

Nama Mahasiswa : *Azizah Dewi Wahyu Ningrum*

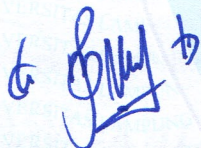
Nomor Pokok Mahasiswa : 2127011012

Jurusan : S2 Kimia

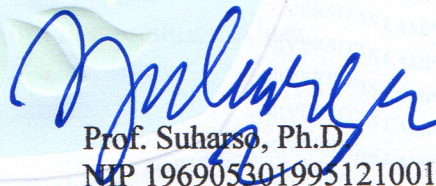
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

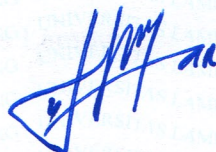


Dr. Mita Rilyanti, M.Si.
NIP 19720530 2000032001



Prof. Suharso, Ph.D.
NIP 196905301995121001

2. Ketua Prodi Studi Magister Kimia



Dr. Nurhasanah, M.Si.
NIP 197412111998022001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

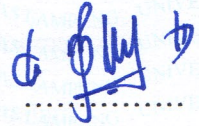
Ketua : Dr. Mita Rilyanti, M.Si.

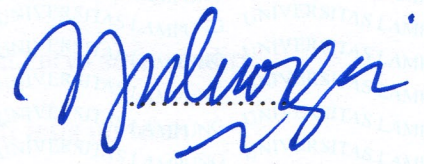
Sekretaris : Prof. Suharso, Ph.D.

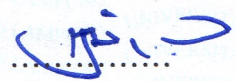
Anggota : Mulyono, Ph.D.

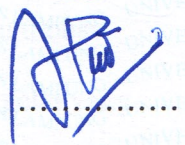
Anggota : Dr. Ilim, M.S.

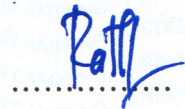
Anggota : Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.


.....


.....


.....



.....


.....

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam


Dr. Eng. Heri Satria, M.Si.
NIP 197110012005011002

3. Direktur Pascasarjana Universitas Lampung


Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si.
NIP 196403261989021001

Tanggal Lulus Ujian Tesis: 31 Juli 2023

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini menyatakan bahwa tesis saya yang berjudul “Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika *Sugarcane Bagasse Ash* (SCBA) menggunakan Pati Sebagai *Green Template* untuk Katalis dalam Hidrolisis Selulosa Biomassa Sekam Padi” merupakan hasil karya saya sendiri dan bukan karya orang lain. Semua tulisan yang tertuang di tesis ini telah mengikuti kaidah penulisan karya ilmiah Universitas Lampung. Apabila di kemudian hari terbukti skripsi saya merupakan hasil penjiplakan atau dibuat orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pencabutan gelar yang saya terima.

Bandar Lampung, Agustus 2023
Yang menyatakan,



Azizah Dewi Wahyu Ningrum
NPM 2127011012

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bandar Lampung tanggal 26 Maret 1998, anak pertama dari dua bersaudara, putri Bapak Hardiman HS dan Ibu Jamilah AK. Penulis mulai menempuh pendidikan pada tahun 2004 di TK Istiqlal Bandar Lampung. Kemudian melanjutkan sekolah dasar di SD Negeri 3 Rajabasa yang diselesaikan pada tahun 2010 dan melanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 28 Bandar Lampung yang diselesaikan pada tahun 2013. Pada tahun yang sama penulis melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 14 Bandar Lampung dan lulus tahun 2016. Penulis telah menyelesaikan pendidikan S1 Kimia di Universitas Lampung Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam jurusan Kimia pada tahun 2021 dengan gelar sarjana sains (S.Si.). Kemudian, melanjutkan pendidikan magister di jurusan kimia FMIPA pada tahun 2021 dengan jalur beasiswa pascasarjana.

Saat menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi tutor pada mata kuliah kimia kompleks tahun 2021 dan 2022, penentuan struktur non-organik tahun 2022, dan kimia anorganik 1 tahun 2023, serta asisten praktikum Kimia Anorganik I pada Tahun 2022. Penulis juga turut serta dalam penerbitan jurnal pada *Asian Journal of Chemistry* dengan judul “*Hierarchical ZSM-5 Based on Silica Bagasse and Mesopore Template from Starcch as Catalyst for Glucose Production*”.

MOTTO

"Laa Tahzan Innallaha ma'ana"

(Surah At-taubah: 40)

"Dan bahwasanya seorang manusia tiada memperoleh selain apa yang telah diusahakannya"

(Surah An-Najm: 39)

"Jadilah kuat tapi jangan kasar, jadilah baik hati tapi jangan cengeng, banggalah dengan pencapaian diri tapi jangan sombong"

(Johnny Depp)

"Keberhasilan bukanlah milik orang yang pintar, keberhasilan adalah kepunyaan mereka yang senantiasa berusaha"

(B.J. Habibie)

"Sukses butuh perjuangan"

*Atas Rahmat Allah SWT
Kupersembahkan Karya Sederhanaku ini*

Teruntuk Kedua Orang Tua ku

*Bapak dan Ibuku tercinta
yang senantiasa memberikan do'a, dukungan, motivasi,
kasih sayang dan semangat kepadaku selama ini*

*Tiada henti kuucapkan rasa syukur,
semangat dan motivasi yang diberikan
telah membantuku menyelesaikan studi.*

*Teruntuk Adikku, Dian Eva Sari
Terimakasih telah menjadi pendengar yang baik,
Semangat untuk kuliah mu,
Selalu dengarkan nasihat, saran, dan motivasi kedua orang tua*

*Mari kita sukses dunia akhirat, dan
buat bangga orang tua dengan prestasi*

SANWACANA

Alhamdulillah tsummal hamdalillah...

Segala puji bagi Allah SWT atas segala karunia dan nikmat-Nya. Shalawat serta salam semoga tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah memberikaan syafa'atnya bagi seluruh umatnya di dunia dan akhirat. Aamiin... sehingga penulis telah mampu menyelesaikan tesis yang berjudul "*Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika Sugarcane Bagasse Ash (SCBA) menggunakan Pati Sebagai Green Template untuk Katalis dalam Hidrolisis Selulosa Biomassa Sekam Padi*" sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Pada kesempatan kali ini, penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orang tua, bapak Hardiman HS dan ibu Jamilah AK yang telah melimpahkan kasih sayang, do'a, kerja keras, dukungan dan semangat yang luar biasa kepada penulis serta adik penulis Dian Eva Sari yang selalu memberi semangat dan motivasi bagi penulis.
2. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama penulis yang telah membimbing, mendidik, dan mengarahkan penulis dengan sangat sabar. Terimakasih banyak atas semua pembelajaran yang luar biasa, ilmu, nasihat dan saran yang diberikan hingga tesis ini dapat terselesaikan. Semoga barokah Allah selalu menyertai ibu.. Aamiin.
3. Bapak Prof. Suharso, Ph.D selaku Dosen Pembimbing II penulis yang telah membimbing dan mengarahkan penulis dengan sangat sabar dan selalu

semangat hingga tesis ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalas dengan kebaikan.

4. Bapak Mulyono, Ph.D selaku pembahas penulis yang telah memberikan bimbingan, saran, kritik dan nasihat kepada penulis hingga tesis ini terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
5. Ibu Dr. Ilim, M.S. selaku pembahas penulis yang telah memberi nasihat, motivasi, dan arahan kepada penulis hingga penulis dapat menempuh kuliah dengan baik. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.
6. Ibu Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si. selaku pembahas pembimbing yang telah mengarahkan dan memberi nasihat kepada penulis. Semoga Allah membalas kebaikan ibu.
7. Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. selaku dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung
8. Seluruh civitas akademika Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah membantu penyelesaian masa studi penulis.
9. Teruntuk Trio Aditya selaku partner seperjuangan penulis. Terimakasih banyak atas kontribusi yang luar biasa selama penyelesaian studi ini, semangat motivasi, tenaga, waktu dan lain sebagainya. Semoga Allah lancarkan segala urusan mu. *Stay humble* dan jangan pernah bosan buat belajar, kembangkan diri, semoga kita sukses bareng yaa. Aamiin.
10. Untuk Ellen Anisa Yulianto sahabat perangko ku dan keluarganya. Terimakasih atas bantuan yang sangat luar biasa selama penelitian. Semoga Allah selalu permudahkan dalam segala urusan. Aamiin..
11. Sahabat-sahabat *7 icon* ku, Ellen Anisa Yulianto, Ika Rizki Wulandari, Hesty Rodlotul Yu'la, Nurmalia Hadi, S.Si., Siti Indah Roja, dan Ulfiatun Nurul Faidah terimakasih atas segala keceriaan, semangat, kegilaan, dan kekompakannya. Tetap semangat, jaga silaturahmi terus, semoga kita semua sukses yaa. Aamiin..
12. Tim zeolite research, Ester, Ketrin, Zahra, dan Vincent. Terimakasih atas bantuannya selama dikampus. Semoga kalian sukses selalu.

13. Adik-adik *Zeolite Research* 2019 dan 2020. Semangat penelitiannya, jaga kekompakan dan dengarkan kata-kata ibu ya, semoga dilancarkan menuju S.Si
14. Tim wisuda 2023, Kak Diska dan Mba Siwi. Terimakasih sudah sama sama berjuang hingga akhir.. Semangat buat kita..
15. Teman-teman se-angkatan Magister Kimia 2021, yang tidak bisa disebutkan satu persatu. Terimakasih banyak sudah menjadi keluarga dan teman semasa kuliah. Semoga silaturahmi tetap terjaga dan kita semua sukses. Aamiin.
16. Semua pihak yang telah membantu penulis memberikan bantuan moril dan materil kepada penulis dalam menyelesaikan tesis ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Akhir kata, penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kekurangan dalam tesis ini. Semoga tesis ini dapat bermanfaat sebagaimana mestinya. Aamiin

Bandar Lampung, Agustus 2023

Penulis,

Azizah Dewi Wahyu Ningrum

DAFTAR ISI

ABSTRAK	ii
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR GAMBAR	xviii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	4
1.3 Manfaat Penelitian.....	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Silika <i>Sugarcane Bagasse Ash</i> (SCBA)	5
2.2 Zeolit.....	8
2.3 Zeolit Pori Hirarki	10
2.4 ZSM-5.....	13
2.5 Sintesis Zeolit Hirarki.....	16
2.6 Metode Cetakan Lunak (<i>Soft-Templating</i>)	17
2.7 Metode Cetakan Keras (<i>Hard-Templating</i>).....	17
2.8 <i>Green Template</i>	18
2.9 Pati (<i>Starch</i>).....	22
2.10 Benih ZSM-5 (<i>Seed</i>).....	23
2.11 Katalis.....	25
2.12 Sekam Padi	27
2.13 Selulosa.....	29
2.14 Reaksi Hidrolisis	32
2.15 Glukosa.....	34
2.16 Metode DNS.....	35
2.17 Karakterisasi	36

2.17.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	36
2.17.2	<i>X-Ray Fluorosense (XRF)</i>	38
2.17.3	<i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i>	40
2.17.4	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	42
2.17.5	<i>Brunauer-Emmett-Teller (BET)</i>	43
2.17.6	Spektrofotometri UV-Vis.....	46
III.	METODOLOGI PENELITIAN	49
3.1	Tempat dan Waktu Penelitian	49
3.2	Alat dan Bahan	49
3.3	Prosedur.....	50
3.3.1	Ekstraksi Silika dari Ampas Tebu	50
3.3.2	Karakterisasi Silika.....	51
3.3.3	Sintesis Benih ZSM-5.....	51
3.3.4	Sintesis ZSM-5 (<i>Zeolite Socony Mobile-5</i>)	53
3.3.5	Karakterisasi Zeolit Hasil Sintesis.....	54
3.3.6	Persiapan H-ZSM-5.....	55
3.3.7	Uji Aktivitas H-ZSM-5.....	55
3.3.7.1	Preparasi Selulosa dari Sekam Padi.....	55
3.3.7.2	Hidrolisis Selulosa.....	56
3.3.8	Analisis Gula Pereduksi	58
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN	59
4.1	Ekstraksi Silika dari Ampas Tebu	59
4.2	Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi	62
4.2.1	<i>X-Ray Fluorosence (XRF)</i>	63
4.2.2	<i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	64
4.2.3	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	65
4.3	Sintesis ZSM-5 Berbasis Silika SCBA.....	66
4.4	Karakterisasi ZSM-5 Hasil Sintesis.....	69
4.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	69
4.4.1.1	Benih ZSM-5.....	69
4.4.1.2	ZSM-5 Berbasis Silika SCBA.....	70

4.4.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	72
4.4.3 <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET).....	73
4.5 Persiapan H-ZSM-5.....	76
4.6 Selulosa Sekam Padi.....	78
4.7 Karakterisasi Selulosa Hasil Ekstraksi	79
4.7.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	79
4.8 Hidrolisis Selulosa.....	81
4.8.1 Penentuan Suhu Optimum Reaksi Hidrolisis	83
4.8.2 Penentuan Waktu Optimum Reaksi Hidrolisis.....	84
4.8.3 Penentuan Rasio Katalis/Selulosa Optimum	86
4.8.4 Penentuan Gula Pereduksi Optimum.....	87
V. KESIMPULAN DAN SARAN	90
5.1 Kesimpulan.....	90
5.2 Saran.....	91
DAFTAR PUSTAKA	92
LAMPIRAN	110

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kandungan dalam ampas tebu	7
2. Data karakteristik ZSM-5.....	13
3. Jenis reaksi menggunakan ZSM-5 sebagai katalis heterogen.....	27
4. Persentase selulosa yang ada di berbagai sumber tanaman	32
5. Komposisi molar pereaksi benih ZSM-5	52
6. Perhitungan komposisi molar pereaksi benih ZSM-5.....	52
7. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5	53
8. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5.....	53
9. Komposisi senyawa dalam silika ampas tebu	63
10. Sifat struktural dari ZSM-5 dengan dan tanpa <i>green template</i>	75

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Ampas tebu	5
2. Silika amorf, a) Jarak antar atom Si dan O b) Struktur atomik silika	7
3. Model struktur ZSM-5 mesopori.	11
4. Karakterisasi bahan zeolit dengan peningkatan difusi molekul.....	12
5. Penyusun struktur zeolit ZSM-5, a) Tipe 5-1 SBU perakitan unit bangunan sekunder, b) Grup pentasil, c) Pentasil di dalam rantai, d) Pentasil di dalam lapisan tetrahedral.	14
6. Skema penggunaan pati sebagai <i>green template</i>	20
7. Skema pembentukan mikro/mesopori zeolit ZSM-5.	21
8. Struktur kimia pati, a) Bagian molekul amilosa b) Bagian molekul amilopektin dengan rantai cabang α -1,6.	22
9. Skema sintesis ZSM-5 tanpa cetakan organik menggunakan metode <i>seed-assisted</i>	25
10. Sekam Padi.....	28
11. Struktur kimia selulosa.	30
12. Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa.....	33
13. Struktur Glukosa	35
14. Prinsip uji gula pereduksi berdasarkan metode DNS.....	36
15. Difraktogram standar dari ZSM-5.....	37
16. Skema deteksi sinar-X dengan Teknik XRF.....	39
17. Pola FTIR silika dari abu ampas tebu.	41
18. SEM dari ZSM-5.....	43
19. Klasifikasi IUPAC isotherm fisisorpsi.....	44
20. Klasifikasi IUPAC dari histerisis loop.....	45
21. Prinsip spektrofotometer UV-Vis	47
23. Ampas tebu yang telah dicuci dengan asam nitrat 2,5%.....	60

24. (a) Abu ampas tebu hasil pembakaran suhu 600 °C, (b) Abu ampas tebu yang diekstraksi dengan NaOH, (c) Hasil ekstraksi abu ampas tebu yang dibiarkan selama 24 jam, (d) Hasil ekstraksi abu ampas tebu yang telah disaring	61
25. (a) Natrium silikat yang ditambahkan HNO ₃ 10%, (b) Larutan yang terbentuk menjadi 2 fasa (pelarut dan silika gel), (c) Padatan silika	62
26. Spektra FTIR dari silika hasil ekstraksi.....	64
27. Difraktogram hasil ekstraksi silika abu ampas tebu.....	65
28. Benih zeolit ZSM-5 a) proses hidrogel b) hasil kristalisasi c) kalsinasi.....	68
29. a) Proses hidrogel b) Padatan ZSM-5 dengan <i>green template</i> c) Padatan ZSM-5 tanpa <i>green template</i>	69
30. Difraktogram XRD benih ZSM-5	70
31. Difraktogram ZSM-5 hasil sintesis	72
32. Morfologi ZSM-5 a) dengan <i>green template</i> b) tanpa <i>green template</i>	72
33. Isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dan NLDFT pore distribution a) ZSM-5 dengan <i>green template</i> b) ZSM-5 tanpa <i>green template</i>	74
34. H-ZSM-5 pori hierarki a) dengan <i>green template</i> b) tanpa <i>green template</i> ...	77
35. Skema pertukaran <i>ion exchange</i> pada zeolit	77
36. Mekanisme delignifikasi	78
37. Sekam padi a) sebelum delignifikasi b) sesudah delignifikasi c) setelah <i>bleaching</i> d) padatan selulosa	79
38. Difraktogram XRD Selulosa Sekam Padi.....	80
39. a) Hasil <i>mix-milling</i> b) filtrat variasi suhu c) filtrat variasi waktu d) filtrat rasio katalis/selulosa e) filtrat gula pereduksi optimum.....	82
40. Reaksi hidrolisis selulosa menggunakan katalis asam.....	83
41. Penentuan suhu optimum reaksi hidrolisis	84
42. Penentuan waktu optimum reaksi hidrolisis	85
43. Penentuan Rasio Katalis/Selulosa.....	86
44. Penentuan gula pereduksi optimum	87

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penelitian tentang konversi sumber daya terbarukan menjadi *green chemicals* telah menarik banyak perhatian selama beberapa tahun terakhir. Hal itu dikarenakan ketersediaan sumber daya yang semakin terbatas sedangkan kebutuhan pangan dan energi terus meningkat. Saat ini, penggunaan biomassa merupakan satu-satunya sumber karbon organik berkelanjutan yang dianggap sebagai salah satu bagian dari alternatif sumber daya terbarukan dalam menangani masalah tersebut (Huang *and* Fu, 2013). Biomassa banyak mengandung lignoselulosa yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang. Salah satu kandungan lignoselulosa yaitu selulosa yang memiliki potensi lebih besar karena kandungannya melimpah, memiliki kristalinitas dan ikatan hidrogen kuat yang memberikan kekuatan mekanik tinggi, biodegradabilitas, dan bersifat tidak beracun (Jamaludin *et al.*, 2019). Selulosa banyak digunakan sebagai bahan baku di berbagai bidang, seperti industri makanan kemasan, tekstil dan kertas manufaktur, komposit biomaterial, industri farmasi, dan pengolahan air (Kassab *et al.*, 2020). Pinto *et al.*, (2022) melakukan ekstraksi selulosa biomassa untuk dikonversi menjadi *carboxymethylcellulose* (CMC) yang digunakan sebagai bahan tambahan dalam penstabil, pengemulsi industri makanan.

Dalam bidang *biorefinery*, selulosa biomassa dapat dikonversi menjadi glukosa bersumber dari hidrolisis pati yang terdapat dalam jagung dan tanaman lainnya. Saat ini, transformasi biomassa yang bersumber dari limbah antara lain tongkol jagung, jerami padi, ampas tebu, batang kayu, dan sekam padi menjadi berbagai macam produk telah menarik perhatian luas dalam industri kimia dan makanan (Liu *et al.*, 2013). Hal ini berkaitan dengan biomassa sebagai sumber karbon terbarukan yang diperkaya dengan lignoselulosa seperti selulosa (40-50%), lignin (15-30%), dan hemiselulosa (16-33%). Dalam penelitiannya, Kalita *et al.*, (2015)

berhasil memperoleh *cellulose nanofibers* (CNFs) dengan kristalinitas dan kemurnian tinggi yang diisolasi dari sekam padi dengan kandungan selulosa yang diperoleh sebesar 94%. Hasil ini menunjukkan bahwa biomassa sekam padi berpotensi sebagai sumber selulosa.

Selulosa merupakan biomassa yang paling melimpah dengan produksi global yang sangat besar hingga 70 miliar ton/tahun dengan struktural unik. Struktur tersebut terdiri dari monomer glukosa yang dihubungkan ikatan 1,4- β glikosidik (Kalita *et al.*, 2015) yang mudah mengalami pemutusan ikatan membentuk monomer glukosa menjadikannya sebagai bahan baku yang ideal untuk pembuatan industri makanan dan bahan bakar penting melalui reaksi hidrolisis (Zhao *et al.*, 2015). Namun demikian, reaksi ini membutuhkan sebuah katalis untuk menurunkan energi aktivasi reaksi dalam mengkonversi selulosa.

Hidrolisis selulosa dapat dikatalisis oleh basa atau situs asam. Katalis padat termasuk hidrotalsit, resin penukar anion, basa organik, metalosilikat dan zeolit telah digunakan untuk mengkatalisis proses ini (Liu *et al.*, 2021). Chen *et al.* (2018) melakukan konversi selulosa menjadi glukosa melalui hidrolisis dengan variasi rasio Si/Al ZSM-5 mesopori dalam *ionic liquid* (IL). Persen konversi selulosa menggunakan katalis diperoleh lebih tinggi (76,2%) dibandingkan tanpa menggunakan katalis (18,2%). Hal ini membuktikan penggunaan katalis merupakan faktor penting yang mempengaruhi aktivitas dekomposisi selulosa dalam proses konversi.

Penggunaan katalis dengan sifat luas permukaan, kapasitas adsorpsi yang tinggi, situs aktif, selektivitas bentuk molekul, stabilitas termal, hidrotermal, dan kimia yang baik menjadi syarat dalam pemilihan katalis. Zeolit ZSM-5 menjadi salah satu katalis yang banyak digunakan dalam berbagai reaksi karena sifatnya yang unggul dibanding jenis katalis lain seperti: jenis kerangka MFI (*mobile five instructure*), rasio silika-aluminium tinggi, sifat hidrofobik yang baik, stabilitas hidrotermal tinggi, struktur pori unik, dan memiliki selektivitas yang baik (Liu *et al.* 2019). Umumnya, ZSM-5 disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan prekursor silika dan alumina. Rilyanti dkk. (2020) menggunakan prekursor sintesis zeolit berasal dari limbah abu ampas tebu (*Sugarcane Bagasse*

Ash/SCBA) karena memiliki kandungan silika yang tinggi sekitar 85,55% dan alumunium 12,16% sehingga ampas tebu dengan kandungan silika dan alumina yang tinggi berpotensi untuk dimanfaatkan guna mengurangi limbah ampas tebu pabrik dan meningkatkan nilai ekonominya.

ZSM-5 yang disintesis menggunakan metode hidrotermal menghasilkan sifat dan karakteristik yang unggul, seperti keasaman ZSM-5 dan ukuran pori mikropori yaitu <2 nm. ZSM-5 dengan ukuran mikropori akan memungkinkan difusi molekul kecil, sedangkan senyawa dengan molekul besar sulit terdifusi pada pori ZSM-5 karena interaksi dengan asam Lewis dan Brønsted menjadi berkurang dan produk yang dihasilkan tidak optimal.

Penambahan porositas yang lebih besar pada kerangka zeolit meningkatkan transfer massa dan meningkatkan aktivitas katalitik (Bu *et al.*, 2018). Disamping menyediakan akses bagi molekul reaktan yang lebih besar untuk mencapai situs aktif pada mikropori, penambahan pori-pori yang lebih besar dapat dilakukan berupa mesopori intrakristalin, mesopori interkristalin, atau kombinasi dari kedua jenis mesopori (Maghfirah *et al.*, 2020). Penggunaan *template* organik sebagai agen pengarah struktur dan ukuran pori berperan penting untuk memperoleh zeolit hirarki berupa mikropori (<2 nm) dan mesopori (2-50 nm). Pengembangan zeolit berpori secara hierarkis, termasuk strategi sintesisnya dapat dicapai melalui bahan-bahan yang dijadikan sebagai cetakan mesoporogen (Bu *et al.*, 2018).

Beberapa upaya telah dilakukan para peneliti untuk menggunakan pati sebagai *template green synthetic* untuk memperkenalkan mesoporositas dalam zeolit. Penambahan *template* ini dapat dilakukan menggunakan beberapa bahan seperti sukrosa, selulosa, pati, dan lain sebagainya. Zhang *et al.*, (2015) melakukan sintesis zeolit ZSM-5 dengan mesopori intrakristal menggunakan pati terlarut sebagai *in-situ template (soft templating)*. Hasilnya menunjukkan bahwa mesopori intrakristal dianggap berasal dari pati berkarbonisasi yang dienkapsulasi dalam mesofase ZSM-5 dengan ukuran pori lebih dari 10 nm berdasarkan hasil BET. Chen *et al.*, (2018) melakukan sintesis zeolit ZSM-5 hirarki melalui metode *hard template* menggunakan sukrosa sebagai *template* mesopori. Efek penambahan sukrosa pada struktur mesopori, morfologi dan keasaman zeolit diteliti untuk

keduanya menggunakan metode *pre-crystallization* dan *dry gel synthetic*. Hasil isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dan distribusi ukuran pori ZSM-5 menunjukkan ukuran pori sebesar 10 nm. Nandan *et al.*, (2014) melakukan sintesis ZSM-5 dengan mengadopsi konsep baru menggunakan glukosa sebagai prekursor untuk agen pengarah struktur. Metode *intracrystalline* digunakan sebagai metode sintesis ZSM-5. Hasilnya sampel menunjukkan jenis Isoterm IV dengan loop histeresis tipe H1 yang biasanya diamati untuk mesopori yang lebih besar. Hal ini berpotensi penggunaan *green template* yang ramah lingkungan dan biaya operasional yang murah.

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis ZSM-5 pori hierarki yang berasal dari silika hasil ekstraksi abu ampas tebu (*Sugarcane Bagasse Ash/SCBA*) menggunakan *green template* berupa pati serta uji katalitik ZSM-5 pada reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa sebagai senyawa perantara utama dalam konversi biomass.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengekstraksi dan mengkarakterisasi silika abu ampas tebu.
2. Melakukan sintesis ZSM-5 pori hierarki berbasis silika SCBA menggunakan pati sebagai *green template*.
3. Mempelajari sifat dan karakteristik ZSM-5 pori hierarki.
4. Melakukan uji katalitik ZSM-5 pori hierarki terhadap reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa.

1.3 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai pemanfaatan limbah biomassa, seperti silika ampas tebu yang dapat dijadikan sebagai prekursor dalam sintesis ZSM-5 dan penggunaan pati dalam peningkatan pori ZSM-5, serta peningkatan konversi selulosa biomassa menjadi glukosa melalui reaksi hidrolisis menggunakan ZSM-5 sebagai katalis yang *biodegradable*.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika *Sugarcane Bagasse Ash* (SCBA)

Ampas tebu atau yang disebut *bagasse* adalah hasil samping dari proses penggilingan dan ekstraksi (pemerahan) cairan tebu. Setelah pemerahan cairan tebu, sisa limbah padatan yang tertinggal disebut *sugarcane bagasse* (SCB). SCB banyak digunakan sebagai bahan baku pada industri kertas, papan partikel, makanan ternak, dan lain-lain. Gambar ampas tebu dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Ampas tebu (<https://en.wikipedia.org/wiki/Bagasse>).

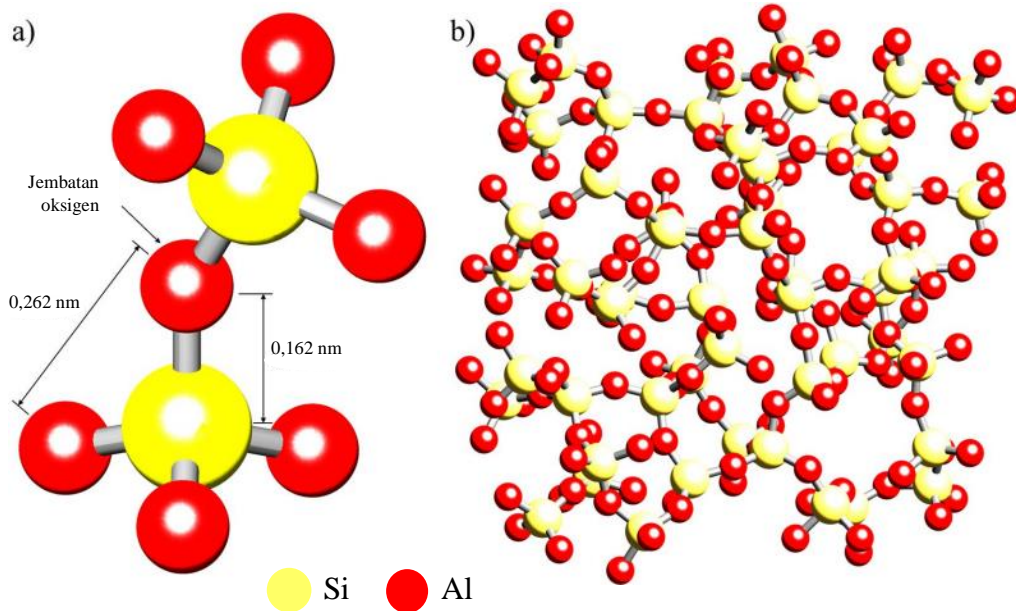
Pengolahan tebu sebanyak 1000 kg dapat dihasilkan dari 250 kg ampas tebu dan pembakaran ampas tebu tersebut dapat menghasilkan 6 kg abu ampas tebu (Souza *et al.*, 2011). Dalam beberapa penelitian, abu ampas tebu memiliki kandungan silika sekitar 55,5-70% (Kristianingrum dkk., 2011). Kandungan silika tersebut cukup tinggi sehingga dapat dimanfaatkan untuk membuat material berbasis silika. Sumber silika di ampas tebu berasal dari komponen utama larutan tanah

yaitu asam ortosilikat, sumber silika yang tersimpan di batang dan daun (Qadri *et al.*, 2013).

Silika salah satu kelompok mineral yang terdiri dari unsur silikon dan oksigen, umumnya dapat ditemukan dalam keadaan amorf (Norsuraya *et al.*, 2016). Silika memiliki beberapa sifat unik yang tidak dimiliki oleh senyawa anorganik lainnya seperti, sifat adsorpsi dan pertukaran ion yang baik, kestabilan mekanik dan termal tinggi, mudah dimodifikasi dengan senyawa kimia tertentu untuk meningkatkan kinerjanya (Sriyanti dkk., 2005).

Struktur kristalografi mineral silika, kecuali *stishovite*, adalah susunan tiga dimensi dari tetrahedron terkait, masing-masing terdiri dari atom silikon yang dikoordinasikan oleh empat atom oksigen. Tetrahedron biasanya cukup teratur, dan jarak ikatan silikon-oksigen adalah $1,61 \pm 0,02 \text{ \AA}$. Perbedaan utama terkait dengan geometri ikatan tetrahedral, yang dapat menyebabkan distorsi kecil dalam tetrahedron silika. Tekanan tinggi memaksa atom silikon untuk berkoordinasi dengan enam atom oksigen, menghasilkan oktahedron yang hampir teratur. Mineral silika ketika murni tidak berwarna dan transparan dan memiliki kilau seperti kaca (Stewart *and* Simmons, 2018).

Berdasarkan struktur molekulnya silika dibagi menjadi dua jenis yaitu silika kristalin dan silika amorf. Silika kristalin merupakan silika yang susunan molekulnya membentuk pola tertentu, dapat disebut sebagai polimorf silika kristalin (Cherrie, 2020). Bentuk dari kristalin silika antara lain adalah bentuk kuarsa (*quartz*), kristobalit, dan *tridymite*. Silika amorf adalah material yang susunan molekulnya tidak teratur yang dihasilkan dari reaksi alkali-silika. Reaksi ini dimulai dengan pecahnya ikatan Si-O-Si dan membentuk fase amorf silika. Silika amorf lebih reaktif daripada silika kristalin karena gugus hidroksil di daerah amorf lebih mudah diaplikasikan dalam reaksi dibandingkan dengan hidroksil daerah kristalin (Varshney *and* Naithani, 2011). Struktur silika amorf dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Silika amorf, a) Jarak antar atom Si dan O b) Struktur atomik silika (Lunt *et al.*, 2018).

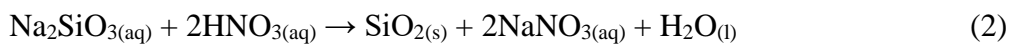
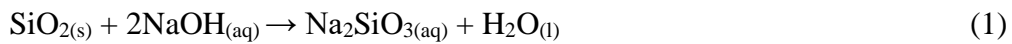
Silika abu ampas tebu dapat diperoleh dengan berbagai metode seperti yang dilakukan Farirai *et al.*, (2020) ekstraksi silika menggunakan metode sol-gel, Channoy *et al.*, (2018) menggunakan metode ekstraksi alkali, Chindaprasirt and Rattanasak, (2020) menggunakan ekstraksi alkali dan pengendapan asam. Hasil ekstraksi silika berdasarkan beberapa metode menunjukkan kandungan yang terdapat dalam ampas tebu tidak hanya silika tetapi terdapat alumina dan senyawa lain. Kandungan hasil ekstraksi ampas tebu dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan dalam ampas tebu

Komposisi	%Berat		
	Metode Sol-gel	Ekstraksi alkali	Ekstraksi alkali dan pengendapan asam
SiO ₂	71,49	80,814	66,30
Al ₂ O ₃	6,20	4,296	4,6
Fe ₂ O ₃	3,00	2,405	10,04
CaO	4,79	3,393	0,20
MgO	1,79	2,172	1,70
SO ₃	-	1,694	0,20
K ₂ O	0,11	2,543	1,20

(Farirai *et al.*, 2020; Channoy *et al.*, 2018; Chindaprasirt and Rattanasak, 2020)

Komposisi silika dan alumina yang dominan diperoleh ketika abu ampas tebu diberi perlakuan asam dan diekstraksi dengan larutan NaOH. Perlakuan tersebut menghasilkan larutan natrium silikat yang ditunjukkan pada persamaan 1. Reaksi berlanjut dengan pengendapan silika dari natrium silikat dilakukan dengan penambahan HCl ditunjukkan pada persamaan 2.



(Chindaprasirt *and* Rattanasak, 2020)

Ekstraksi silika dari ampas tebu yang dilakukan dengan metode alkali yaitu NaOH menghasilkan SiO₂ lebih tinggi, hal ini karena silika larut dalam larutan alkali. Berbagai jenis larutan alkali yang ada, digunakan NaOH karena mempunyai sifat alkali yang tinggi sehingga dapat meningkatkan kelarutan silika (Moises *et al.*, 2013).

2.2 Zeolit

Zeolit berasal dari kata “*zeinlithos*” yang berarti batuan berbuih. Zeolit termasuk dalam kristal mikropori alumina terhidrasi dari unit [SiO₄]⁴⁻ dan [AlO₄]⁵⁻. Dimana atom Si atau Al ditempatkan secara terpusat dan atom O akan mengisi di bagian sudut-sudut di antara [SiO₄]⁴⁻ dan [AlO₄]⁵⁻ untuk menghasilkan pori-pori zeolit (Yoldi *et al.*, 2019). Rumus empiris zeolit yaitu M_{x/a}.(AlO₂)_x.(SiO₂)_y.bH₂O dengan M melambangkan logam alkali atau kation logam alkali tanah, a melambangkan valensi kation logam tanah, b adalah jumlah air yang terhidrat, sedangkan x dan y melambangkan jumlah total [SiO₄]⁴⁻ dan [AlO₄]⁵⁻ tetrahedral dalam satuan sel zeolit. Bentuk zeolit dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga di dalam yang berisi ion-ion logam, biasanya golongan logam alkali, dan molekul air yang bergerak bebas. Selain itu zeolit juga merupakan endapan dari aktivitas vulkanik yang banyak mengandung unsur silika.

Kristalisasi zeolit umumnya diyakini terjadi melalui satu atau dua mekanisme: nukleasi dari larutan, atau nukleasi dari gel prekursor. Pendukung nukleasi larutan

menganggap fase gel hanya sebagai sumber nutrisi, larut untuk menyediakan ion kompleks dari mana inti kristal berada terbentuk. Struktur ion kompleks ini diyakini oleh beberapa peneliti menyerupai unit bangunan sekunder (SBU).

Berdasarkan perbandingan molar Si/Al, menurut (Jha *and* Singh, 2011) terdapat tiga jenis zeolit di antaranya:

- a. Zeolit dengan kandungan silika rendah < 2 , seperti analsim (ANA), kankrinit (CAN), Na-X (FAU), nantrolit (NAT), filipsit (PHI), sodalit (SOD). Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit.
- b. Zeolit dengan kandungan silika menengah: $2 < \text{Si/Al} < 5$, seperti kabasit (CHA), faujasit (FAU), mordenit (MOR), Na-Y (FAU). Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan Si/Al = 5 sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit Y dengan perbandingan Si/Al = 1-3.
- c. Zeolit dengan kandungan silika tinggi > 5 , seperti ZSM-5 (MFI), zeolit B (BEA). Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon.

Zeolit mempunyai kerangka yang tersusun dari satuan-satuan tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dengan atom oksigen sebagai penghubung antara atom silikon dan aluminium yang digabungkan secara tiga dimensi, ditunjukkan sebagai TO_4 , T = Si atau Al. TO_4 merupakan unit pembangun primer (*primary building units*, PBU) yang dapat digabungkan dengan berbagai cara untuk membentuk unit pembangun sekunder (*secondary building units*, SBU). Penggabungan satuan tetrahedron dengan lainnya terjadi karena adanya pemakaian bersama satu atom oksigen oleh dua tetrahedral. Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ bermuatan negatif, sehingga zeolit alam dan zeolit sintesis memerlukan kation anorganik seperti Na^+ , Li^+ , dan K^+ serta kation organik seperti TPA^+ (kation tetrapropilammonium) atau campuran keduanya dapat disubstitusikan ke dalam saluran atau rongga zeolit untuk menyeimbangkan muatan negatif dari kerangka tiga dimensi zeolit tersebut, sehingga muatan total dari keseluruhan struktur zeolit netral (Król, 2020).

Zeolit merupakan katalis yang paling banyak digunakan dalam industri penyulingan minyak, petrokimia, dan sintesis organik dalam produksi bahan kimia khusus. Hal ini karena sifat khusus zeolit, yaitu:

1. Luas permukaan dan kapasitas adsorpsi yang tinggi
2. Sifat adsorpsi dapat dikontrol dari hidrofobik hingga hidrofilik
3. Situs aktif dihasilkan di dalam kerangka kerja, kekuatan dan konsentrasinya dapat disesuaikan untuk aplikasi tertentu
4. Kisaran ukuran porinya ($5\text{--}12 \text{ \AA}$) dan rongganya cocok dengan banyak molekul yang diinginkan
5. Struktur saluran kompleks menyajikan berbagai jenis selektivitas bentuk molekul (yaitu, produk, reaktan dan keadaan transisi), yang dapat berguna untuk mengarahkan katalitik reaksi terhadap produk yang diinginkan menghindari reaksi samping yang tidak diinginkan
6. Stabilitas termal, hidrotermal, dan kimia. Zeolit dapat diaktifkan untuk menghasilkan bahan yang sangat stabil tidak hanya tahan terhadap panas dan uap tetapi juga terhadap serangan kimia

(Srivasta, 2018).

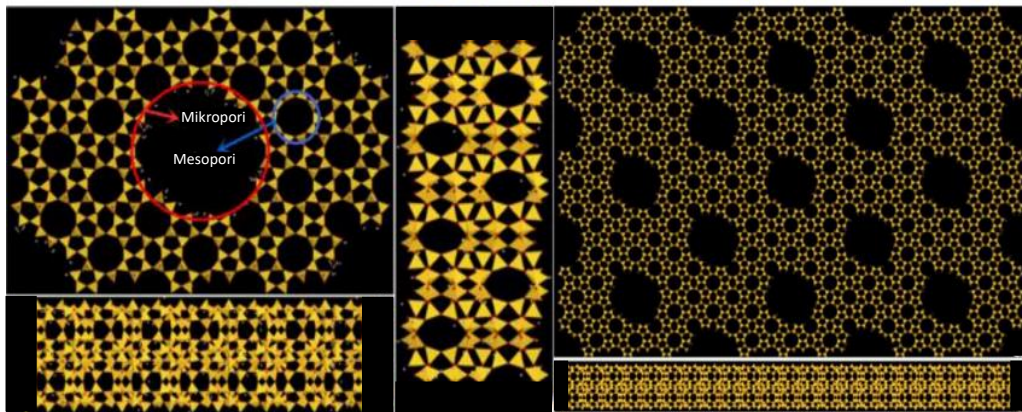
2.3 Zeolit Pori Hirarki

Zeolit hirarki merupakan zeolit yang mempunyai dua tingkat porositas. Tingkat porositas sendiri dibedakan menjadi tiga, yaitu mikropori ($< 2 \text{ nm}$), mesopori ($2\text{--}50 \text{ nm}$), dan makropori ($>50 \text{ nm}$) (Kadja dkk., 2013). Umumnya zeolit ZSM-5 memiliki pori diameter lebih kecil dari 2 nm , dengan demikian ZSM-5 memiliki keterbatasan difusi molekul besar, mudah membentuk spesies kokas, yang menyebabkan *deactivation* zeolit.

Dalam mengatasi masalah tersebut, banyak peneliti melakukan upaya untuk mensintesis bahan mesopori dengan spesifik besar luas permukaan, karakter fungsional permukaan yang mudah dan ukuran mesopori yang dapat disesuaikan. Namun, bahan mesopori biasanya menunjukkan keasaman permukaan yang lemah dan hidrotermal yang rendah stabilitas, akibatnya membatasi aplikasinya. Mengatasi kekurangan zeolit berpori dan bahan mesopori, banyak peneliti

mencoba mensintesis zeolit berstruktur hierarkis yang memiliki pori mikro dan mesopori (Dao-ke *et al.*, 2016). Cara ini membuat aktivitas katalitik dalam reaksi molekul besar meningkat secara signifikan. Zeolit yang memiliki pori mikro dan mesopori disebut sebagai zeolit pori hierarki, karena memiliki dua tingkat porositas.

Struktur mesopori menjadi zeolit mungkin menyediakan ruang besar untuk mempromosikan pembentukan aromatik dan difusi spesies keluar dari saluran pori menguntungkan. Pemodelan struktur ZSM-5 mesopori dapat dilihat pada Gambar 3.

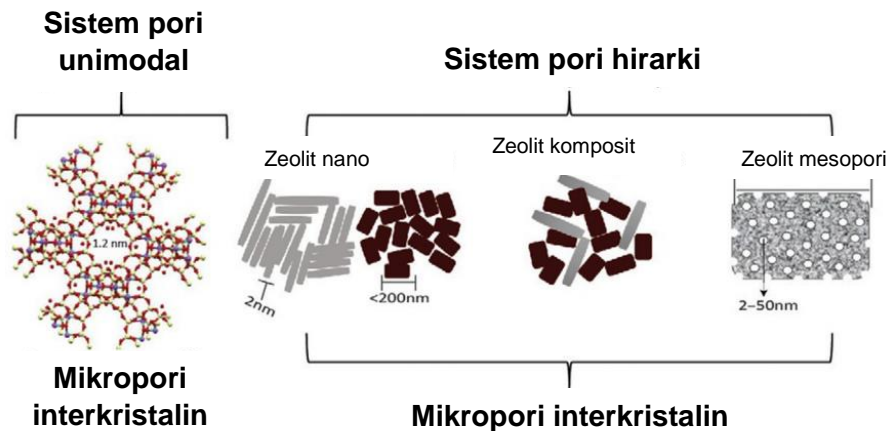


Gambar 3. Model struktur ZSM-5 mesopori (Ma *et al.*, 2019).

Pengkategorian bahan zeolit dengan karakteristik difusi yang lebih baik dapat dipisahkan menurut sifat porositasnya, yaitu:

1. Zeolit berpori lebar memiliki pori mikro yang jauh lebih luas daripada struktur zeolit biasa
2. Zeolit berukuran nano hanya memiliki rongga antar kristal.
3. Komposit zeolit menghadirkan kristal zeolit yang disangga pada material yang biasanya meso atau berpori. Bahan pendukung menyediakan pori-pori yang diperlukan untuk meningkatkan transportasi massa ke dan dari kristal zeolit.
4. Kristal zeolit mesopori menunjukkan mesopori intrakristalin. Pengenalan mesopori dapat diperoleh dengan dua pendekatan yang berbeda. Mesopori diperkenalkan ke dalam kristal zeolit selama kristalisasi zeolit atau mereka dimasukkan ke dalam langkah perawatan pasca-sintesis.

Zeolit berpori lebar dicirikan dengan memiliki sistem pori unimodal, sedangkan zeolit dengan ukuran pori gabungan baik intrakristalin maupun interkristalin didefinisikan sebagai sistem pori hierarkis. Perbedaan karakteristik zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Karakterisasi bahan zeolit dengan peningkatan difusi molekul (Hernández and Villagrán, 2019).

Satu jenis kerangka zeolit dapat memiliki komposisi kimia yang berbeda. Rasio elemen utama dan penyertaan dopan dapat bervariasi sampai tingkat tertentu. Fleksibilitas dalam struktur dan komposisi seperti itu mengarah pada sifat fisik dan kimia yang dapat disesuaikan, dengan demikian membuat zeolit menjadi bahan serbaguna yang sangat penting untuk berbagai aplikasi industri. Jendela aplikasi zeolit sangat luas karena aplikasi bergantung langsung pada strukturnya. Kemampuan penyerapan dan pemisahan gas, tergantung pada pori ukuran dan volume kosong. Situs pertukaran kation dan akun aksesibilitasnya untuk properti pertukaran ion dari bahan-bahan ini, sedangkan sifat katalitik ditentukan oleh: (1) rasio Si/Al, (2) bukaan pori, (3) dimensi dan jenis saluran dan (4) ukuran dan jarak kandang yang menampung reaktan atau zat antara. Harus diperhatikan bahwa modifikasi pasca-sintetis juga memainkan peran penting dalam meningkatkan aplikasi.

2.4 ZSM-5

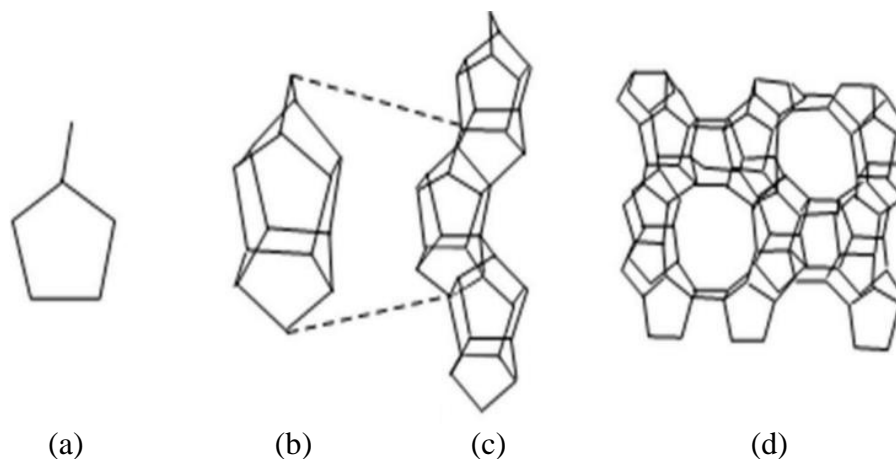
ZSM-5 merupakan zeolit dengan jenis struktur MFI yang mempunyai sifat fisik dan kimia sangat dipengaruhi oleh berbagai keadaan antara lain faktor kisi dan pori. Struktur ZSM-5 seluruhnya mempunyai pori dua dimensi yang menyilang. ZSM-5 mempunyai dua jenis pori, keduanya dibentuk oleh oksigen cincin enam. Jenis pori yang pertama berbentuk lurus dan elips. Jenis pori yang kedua porinya lurus pada sudut kanan, polanya zig-zag dan melingkar. ZSM-5 memiliki rumus molekul umum yaitu, $\text{Na}_n(\text{AlO}_2)_n(\text{SiO}_2)_{96-n} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$ dan memiliki variasi rasio Si/Al mulai dari 10 sampai ratusan serta biasa disintesis menggunakan kation Na^+ sebagai *counter ion framework* yang bermuatan negatif. Ion Na^+ dapat digantikan dengan kation lainnya yang dapat memasuki pori saat modifikasi zeolit (Octaviani, 2012). Data ZSM-5 ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Data karakteristik ZSM-5

Jenis Material	Karakteristik
Rumus Kimia	$[\text{Na}^+_n(\text{H}_2\text{O})_{16}] [\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192}]$ -MFI, $n < 27$
Unit satuan	$a = 20,0700 \text{ \AA}$ $b = 19,9200 \text{ \AA}$ $c = 13,4200 \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
Densitas Kerangka (FD_{Si})	$17,9 \text{ T}/1000 \text{ \AA}^3$
Densitas Topologi	$\text{TD}_{10} = 960$ $\text{TD} = 0,825819$
Sistem saluran	Serapan (penampang molekuler $> 3,4 \text{ \AA}$): 3-dimensional Topologi (pembukaan pori > 6 -ring): 3-dimensional

(Sumber: <http://izasc-mirror.l.asu.edu/fmi/xsl/TZA-SC>)

Struktur porositas zeolit ZSM-5 didefinisikan dari susunan enam SBU 5-1 tetrahedra (Gambar 5a); Grup SBU 5-1 bergabung untuk membentuk unit struktural seperti pentasil (Gambar 5b). Susunan kelompok rantai ini (Gambar 5c) mengarah pada pembentukan lapisan tetrahedron (Gambar 5d). Berikut gambar penyusun struktur zeolit ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Penyusun struktur zeolit ZSM-5, a) Tipe 5-1 SBU perakitan unit bangunan sekunder, b) Grup pentasil, c) Pentasil di dalam rantai, d) Pentasil di dalam lapisan tetrahera (Zounida *and* Hichem, 2018).

Sintesis zeolit ZSM-5 membutuhkan kondisi kristalisasi yang akurat. Komposisi bahan utama, suhu reaksi, alkalinitas, jenis *template*, dan urutan pencampuran bahan memiliki efek signifikan pada sintesis dan kemurnian ZSM-5. Untuk agen *template*, biasanya ada tiga situasi: tanpa *template*, *template* anorganik dan *organic template*. Saat ini *organic template* adalah metode utama untuk mensintesis ZSM-5 secara efektif. Tetrapropil amonium hidroksida (TPAOH), tetrapropil amonium bromida (TPABr), n-butilamin (BTA), tetrametil amonium hidroksida (TMAOH), tetraetil amonium hidroksida (TEAOH) dan tetrabutil amonium hidroksida (TBAOH), *ethylamine* (ETA), *isopropylamine* (IPA), *ethylenediamine* (EDA), *ethanol* (ETL), *ethanol-ammonium* (ETLAM) merupakan *organic template* yang banyak diselidiki dalam sintesis ZSM-5. pembentukan saringan molekuler sangat bergantung pada ikatan amina atau kuarterner ion Na^+ pertama ke air dan kemudian ke spesies silika kecil dan bertukar konsep *template* untuk agen pengarah struktur.

Rilyanti *et al.*, (2016^a) melakukan sintesis ZSM-5 dengan mengurangi jumlah *organic structure directing agent* (OSDA) berupa TPABr dengan variasi rasio TPA^+/Si 0,05 dan 0,012 yaitu seperlima dan seperduapuluh dari 0,24 mol TPA^+ menggunakan metode *steam assisted crystallization* (SAC) dengan LUDOX HS-40 sebagai sumber silika. Hasil yang didapatkan pengurangan jumlah mol 0,05 dan 0,012 menunjukkan perbedaan kristalinitas. Rasio 0,05 TPA^+/Si lebih cepat

mengkristal daripada sampel dengan rasio 0,012 TPA⁺/Si diikuti tingkat kristalinitas yang sama untuk masing-masing. Struktur morfologi menunjukkan tipe *coffin* dan ukuran luas permukaan luar 50 dan 6 m²/g, masing-masing.

Zahara *et al.*, (2018) melakukan sintesis ZSM-5 hirarki variasi *structure directing agents* yaitu TPAOH (t) disebut (ZSM-5_h/t), etilendiamin (en) disebut (ZSM-5_h/en), dan trietilendiamin (teta) disebut (ZSM-5_h/teta). Prekursor ditambahkan larutan DADMAC (*Diallyl dimethyl ammonium chloride*) sebagai agen pengarah mesopori. Pola XRD ZSM-5_h/t menunjukkan puncak karakteristik ZSM-5 pada posisi 2 θ dari 7-9° dan 22-25°. Sedangkan pola XRD ZSM-5_h/en dan ZSM-5_h/teta menunjukkan puncak sangat lemah mengindikasikan ZSM-5 tidak terbentuk dengan baik. Adsorpsi nitrogen ZSM-5_h/t menunjukkan loop histeresis pada P/Po 0,7-0,9 mengindikasikan adanya mesopori hierarkis. Hasil SEM ZSM-5_h/t menunjukkan karakteristik ZSM-5 yang berbentuk heksagonal.

Yu *et al.*, (2013) melakukan sintesis ZSM-5 menggunakan TPABr sebagai *organic template* dengan metode hidrotermal. Efek kondisi kristalisasi dan komposisi gel sintesis, termasuk suhu kristalisasi, kristalisasi waktu, rasio molar Si/Al, pada produk diselidiki. Hasil penelitian menunjukkan bahwa zeolit ZSM-5 berstruktur hierarkis dapat disintesis pada kondisi berikut: kristalisasi suhu 160–180 °C, waktu kristalisasi 24-96 jam, rasio SiO₂/Al₂O₃/Na₂O/CTAB/TPABr/H₂O 1/x/0.4/0.05/0.12/280, (x:50–240). Sampel mengkristal pada 160°C selama 48 jam dengan gel sintesis yang memiliki rasio molar Si/Al 50 memiliki morfologi kristal silinder yang seragam, kristalinitas tinggi dan struktur mesopori teratur dengan diameter pori 3,60 nm. Namun, cetakan organik yang digunakan untuk sintesis ini harganya relatif mahal. Selain itu, gas yang dihasilkan dari pembakaran untuk menghilangkan senyawa organik tidak ramah lingkungan. Oleh karena itu, berbagai strategi diusulkan untuk mengurangi penggunaan cetakan organik. Salah satunya menggunakan metode penambahan benih kristal ZSM-5 diperlukan untuk memicu pembentukan kristal zeolit, meningkatkan laju kristalisasi dan mengatur distribusi ukuran kristal produk (Yu *et al.*, 2013).

Meng *et al.*, (2017) telah berhasil mensintesis ZSM-5 dengan menggunakan metode induksi benih dari *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) sebagai sumber silika

dan silikalit-1 sebagai agen pengarah (*seed*). Hasilnya agregat ZSM-5 dengan kristalinitas tertinggi, luas permukaan luar, volume mikropori volume mesopori dan kristal primer kecil dan ukuran agregat diperoleh. Penggunaan dari benih untuk membantu proses kristalisasi juga telah dilakukan oleh Niu *et al.*, (2022), ukuran kristal dikontrol dengan menambahkan benih silikalit-1 dalam sistem sintesis. Hasilnya zeolit ZSM-5 dengan ukuran partikel dapat dikontrol dalam kisaran 200-2200 nm diperoleh menggunakan silikalit-1 yang divariasikan.

Zeolit ZSM-5 hasil sintesis akan meningkatkan kinerja katalitiknya berdasarkan peningkatan keasaman. Namun, semakin kuat keasaman zeolit ZSM-5 atau semakin tinggi suhu yang digunakan selama proses katalisis akan meningkatkan pembentukan kokas pada permukaan katalis, sehingga menyebabkan deaktivasi katalis dalam hal ini zeolit ZSM-5 (Yaripour *et al.*, 2015). Untuk mengatasi permasalahan ini beberapa penelitian dilakukan berfokus pada pengontrolan morfologi dan ukuran kristal. Seperti yang telah diketahui sifat fisikokimia dan kinerja katalitik katalis ZSM-5 bergantung pada tiga faktor, yaitu:

- (i) Keasaman (sifat, kekuatan dan kepadatan),
- (ii) Ukuran kristal, yang mempengaruhi difusi intrakristalin molekul reaktan,
- (iii) Morfologi kristal. Parameter utama adalah keasaman, yang dapat dikontrol oleh variabel yang berbeda seperti komposisi gel sintesis, sifat cetakan, pH gel, suhu dan waktu *aging* gel dan kondisi perlakuan hidrotermal (Kulprathipanja, 2010).

2.5 Sintesis Zeolit Hirarki

Pada umumnya, zeolit hirarkis memiliki mikropori dan mesopori. Zeolit hirarkis dapat meningkatkan aksesibilitas molekul reaktan ke pori bagian dalam zeolit, dan zeolit tetap memiliki kestabilan yang baik. Mesopori pada zeolit dapat dibentuk pasca sintesis melalui dealuminasi dan desilikasi. Namun, metode desilikasi dan dealuminasi ini menghasilkan ukuran mesopori yang tidak seragam, serta rasio Si/Al yang berbeda dari zeolit awal. Oleh karena itu diperlukan suatu pendekatan lain dalam mensintesis zeolit hirarkis. Pendekatan yang dapat dilakukan adalah metode cetak (*templating*). Metode cetak untuk sintesis zeolit hirarkis terbagi

kedalam dua jenis, yaitu cetak lunak (*softtemplating*) dan cetak keras (*hard-templating*) (Kadja dkk., 2013).

2.6 Metode Cetakan Lunak (*Soft-Templating*)

Pada metode ini, yang berperan sebagai mesoporogen adalah kumpulan (*assembly*) dari supramolekul, seperti misel surfaktan dan polimer (Kadja dkk., 2013). Dimana terdapat cara sintesis umum untuk memperoleh material mesopori melalui dua strategi sintesis yang berbeda: *cooperative self-assembly* dan “*true*” *liquid-crystal templating process*.

Cooperative self-assembly process meliputi interaksi dari material anorganik dengan surfaktan melalui ikatan kovalen, gaya elektrostatik, atau ikatan hidrogen. Selama proses sintesis, terjadi kesesuaian antara densitas material anorganik dan *interface* surfaktan dalam proses pembentukan zeolit. Sedangkan “*true*” *liquid-crystal templating process* didasarkan pada pembentukan cetakan yang diperoleh dari misel mesofase kristal semi-cair atau kristal murni yang dihasilkan oleh surfaktan. Pertumbuhan dan kondensasi prekursor anorganik yang ditambahkan terjadi dan ditingkatkan karena ruang terbatas di sekitar surfaktan. Setelah kondensasi, template organik dihilangkan dan meso-struktur, ukuran pori terbentuk (Hernández and Villagrán, 2019). Penggunaan prekursor anorganik yang dapat digantikan dengan prekursor ramah lingkungan tetapi tidak mengganggu pertumbuhan kristal dalam proses sintesis merupakan kelebihan metode *soft-templating*.

2.7 Metode Cetakan Keras (*Hard-Templating*)

Metode sintesis *hard-templating*, juga dikenal sebagai “*nanocasting*,” adalah teknik lain untuk mendapatkan struktur mesopori. Teknik ini didasarkan pada penggunaan *template preformed* yang terbuat dari agregat nanopartikel, karbon atau silika mesopori (Li *et al.*, 2016). Penggunaan *hard template* mengatasi kebutuhan untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi jenis material dan interaksinya dengan surfaktan. Metode *hard template* memastikan bahwa saluran

meso terisi penuh. Oleh karena itu, *hard-templating* dapat menyiapkan berbagai bahan, khususnya yang sangat kristalin dan bahkan kristal tunggal karena ketahanan *template* yang kaku terhadap suhu tinggi. Meskipun demikian, metode ini menyajikan kekurangannya misalnya ketersediaan *hard template* lebih sedikit dibandingkan dengan *soft-template*, sehingga prosedurnya lebih kompleks, rumit dan membutuhkan waktu yang lebih lama.

Salah satu metode *soft-templating* yaitu metode hidrotermal, dapat didefinisikan sebagai metode sintesis dari kristal tunggal yang tergantung pada kesolupan dari mineral pada air panas dibawah tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal dibentuk dalam *apparatus* yang terdiri dari tekanan *vessel* baja yang disebut *autoclave*, yang mana nutrient disuplai terus bersama air. Dalam metode ini penggunaan air banyak digunakan sebagai pelarut (Walujodjati, 2008). Keunggulan metode hidrotermal diantaranya adalah (1) terbentuk *powder* secara langsung dari larutan, (2) ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan material awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda, dan (3) kereaktifan bubuk yang dihasilkan tinggi.

Penelitian Liu *et al.*, (2021) melakukan sintesis zeolit ZSM-5 untuk adsorpsi fenol, kuinolin, dan *indole* menggunakan metode hidrotermal dengan mempelajari faktor yang mempengaruhi metode sintesis tersebut, seperti sumber silikon, templat, pH, suhu reaksi. Hasilnya zeolit ZSM-5 terbentuk dengan kondisi pH 10,79-11,14 dengan penggunaan TPABr sebagai cetakan organik serta suhu kristalisasi 160 °C atau lebih tinggi.

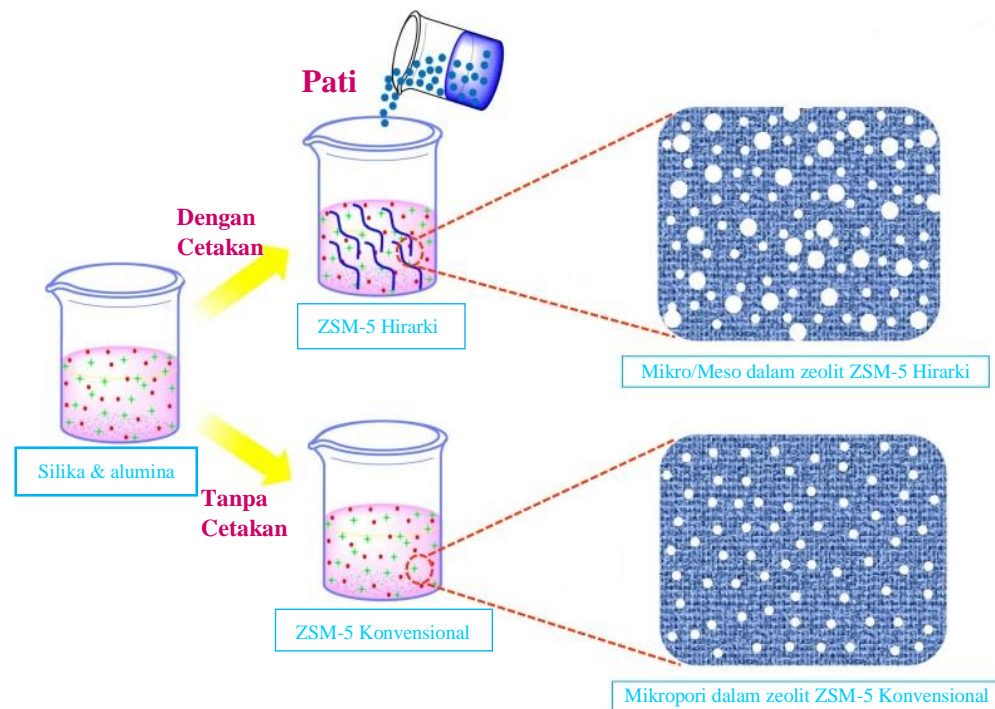
2.8 Green Template

Struktur kerangka zeolit, dibangun dari AlO_4 dan SiO_4 tetrahedra, menyediakan situs asam Brønsted dan Lewis di dalam mikropori, yang bermanfaat untuk reaksi katalitik. Zeolit dengan hierarki pori-pori dikembangkan dengan satu porositas tambahan, yaitu, meso- atau makroporositas. Ada tiga jenis porositas menurut pori-pori: ukuran, mikropori (<2 nm), mesopori (2-50 nm), dan makropori (>50nm). Penambahan porositas yang lebih besar pada kerangka zeolit

meningkatkan transfer massa dan meningkatkan aktivitas katalitik (Bu *et al.*, 2018). Selain itu, penambahan porositas menyediakan akses bagi molekul reaktan yang lebih besar untuk mencapai aktif situs di mikropori. Penambahan pori-pori yang lebih besar dapat berupa mesopori intrakristalin, mesopori interkristalin, atau kombinasi dari kedua jenis mesopori (Maghfirah *et al.*, 2020).

Pengembangan zeolit berpori secara hierarkis, termasuk strategi sintesisnya dapat dicapai melalui bahan-bahan yang dijadikan sebagai cetakan mesoporogen. *Green synthetic* berkelanjutan dapat mengoptimalkan proses sintesis zeolit, yang dapat membuatnya sederhana, efisien dan dampak negatif tidak berlebihan terhadap lingkungan. Perspektif perkembangan saat ini, penelitian zeolit melalui *green synthetic* mencakup aspek-aspek berikut: (1) *Green synthetic materials*; (2) *green synthetic conditions*; (3) *green synthetic methods* (Meng *et al.*, 2017). Prekursor *green synthetic* terutama mineral alami kaya silikon dan aluminium, dengan cadangan melimpah dan harga murah. Selain itu, ampas tebu dan sekam padi juga dapat digunakan sebagai bahan baku untuk sintesis zeolit (He *et al.*, 2021).

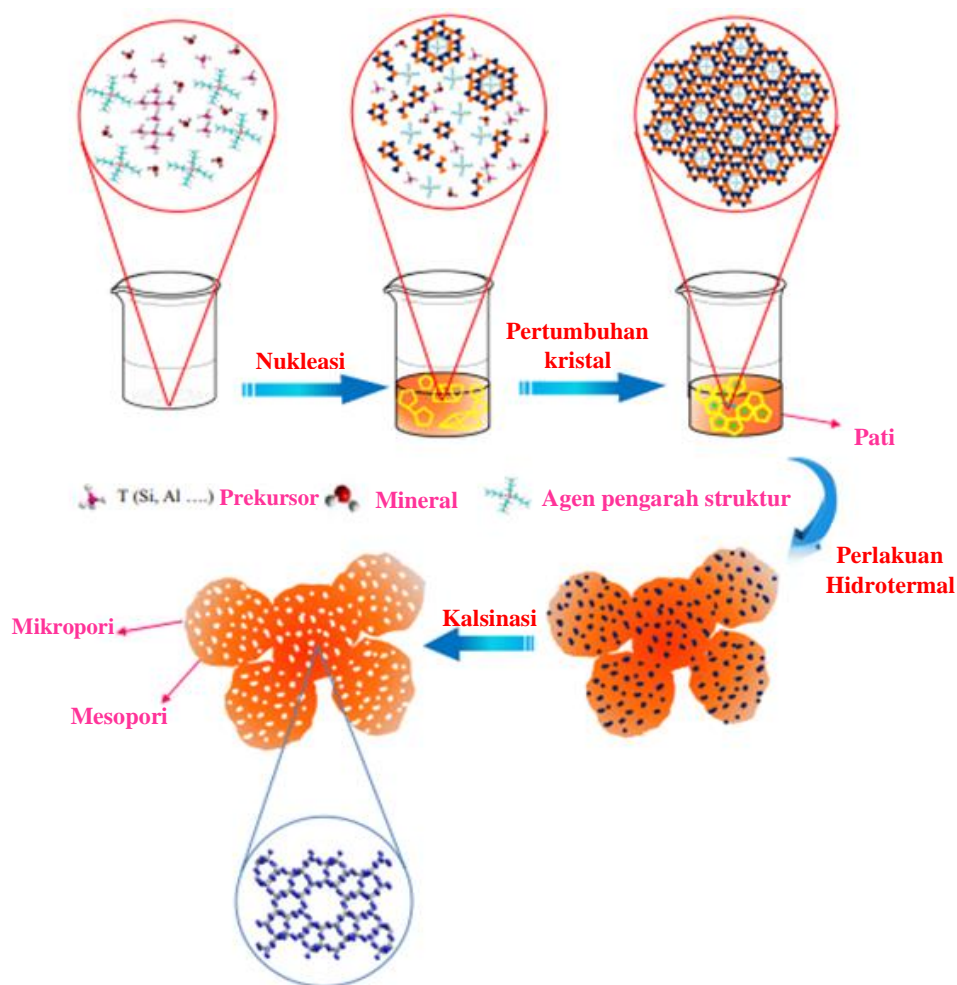
Metode supra-molekul (*soft templating*) dan templat padat (*hard templating*) diterapkan untuk mengontrol pembentukan mesopori selama kristalisasi zeolit (Serrano *et al.*, 2013). Metode *templating*, yang digunakan agen *templating* seperti karbon hitam, surfaktan, polimer, *polystyrene bead*, ion tetrapropilamonium (TPA⁺) adalah salah satu teknik yang banyak digunakan untuk mensintesis zeolit hierarkis. Beberapa upaya telah dilakukan para peneliti untuk menggunakan pati sebagai *template green synthetic* untuk memperkenalkan mesoporositas dalam zeolit. Penambahan *template* ini dapat dilakukan menggunakan beberapa bahan seperti sukrosa, selulosa, pati, dan lain sebagainya. Berikut skema pembentukan pori menggunakan *green template* berupa pati ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Skema penggunaan pati sebagai *green template* (Sabarish and Unnikrishnan, 2019).

Zhang *et al.*, (2015) melakukan sintesis zeolit ZSM-5 dengan mesopori intrakristal menggunakan pati terlarut sebagai *in-situ template (soft templating)*. Hasilnya menunjukkan bahwa mesopori intrakristal dianggap berasal dari pati berkarbonisasi yang dienkapsulasi dalam mesofase ZSM-5 dengan ukuran pori lebih dari 10 nm berdasarkan hasil BET. Chen *et al.*, (2018) melakukan sintesis zeolit ZSM-5 hirarki melalui metode *hard template* menggunakan sukrosa sebagai template mesopori. Efek penambahan sukrosa pada struktur mesopori, morfologi dan keasaman zeolit diteliti untuk keduanya menggunakan metode *pre-crystallization* dan *dry gel synthetic*. Hasil Isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 dan distribusi ukuran pori ZSM-5 menunjukkan ukuran pori sebesar 10 nm (Nandan *et al.*, (2014) melakukan sintesis ZSM-5 dengan mengadopsi konsep baru menggunakan glukosa sebagai precursor untuk agen pengarah struktur. Metode *intracrystalline* digunakan sebagai metode sintesis ZSM-5. Distribusi ukuran pori ZSM-5 ditentukan menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 . Hasilnya sampel menunjukkan jenis Isoterm IV dengan loop histeresis tipe H1 yang biasanya diamati untuk mesopori yang lebih besar.

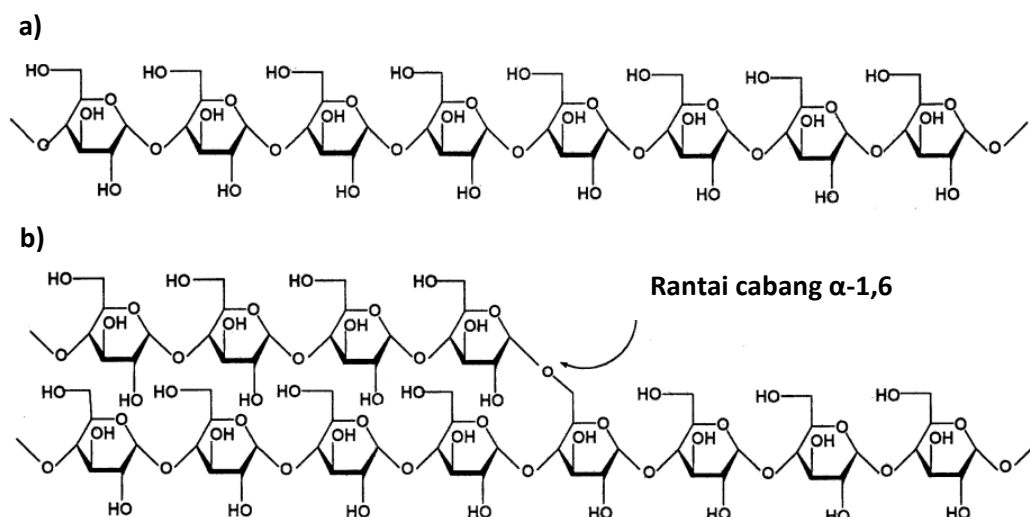
Berdasarkan beberapa penelitian, penggunaan monosakarida dan polisakarida seperti pati telah diidentifikasi sebagai prekursor lebih murah untuk agen pengarah struktur mesopori. Pati termasuk polisakarida dengan struktur semi-kristalin dan terdiri dari dua polimer amilosa dan amilopektin yang tersimpan dalam bentuk granula. Struktur amilosa dan amilopektin berpengaruh besar terhadap sifat pati seperti sifat kelarutan dalam air, sifat termal dan kestabilan terhadap enzim (Tester *et al.*, 2004). Pati memiliki gugus hidroksil yang sangat berlimpah, membuatnya mudah terdispersi dalam larutan sintesis. Gugus hidroksil tersebut akan cepat berinteraksi dengan gugus hidroksil zeolit melalui ikatan hidrogen, selanjutnya gugus tersebut akan lepas setelah proses kalsinasi menghasilkan pori mikro/mesopori zeolit (Wang *et al.*, 2009). Pembentukan pori mikro/meso dapat dilihat pada skema yang ditunjukkan Gambar 7.



Gambar 7. Skema pembentukkan mikro/mesopori zeolit ZSM-5 (Sabarish and Unnikrishnan, 2019).

2.9 Pati (*Starch*)

Pati adalah karbohidrat yang merupakan polimer glukosa, dan terdiri atas amilosa dan amilopektin. Pati termasuk polisakarida hasil sintesis dari tanaman hijau melalui proses fotosintesis. Pati memiliki bentuk kristal bergranula yang tidak larut dalam air pada temperatur ruangan yang memiliki ukuran dan bentuk tergantung pada jenis tanamannya. Sebagian besar pati terdiri dari dua jenis polisakarida, glukosa terkait α -(1 \rightarrow 4) linier, disebut amilosa, dan glukosa terkait α -(1 \rightarrow 4) dengan ikatan cabang 4,2 hingga 5,9% α -(1 \rightarrow 6), disebut amilopektin. Struktur kimia dari amilosa dan amilopektin dapat dilihat pada Gambar 8. Rasio amilosa terhadap amilopektin juga bervariasi, tergantung pada sumber pati; itu berkisar dari 17 hingga 70% amilosa dan 83 hingga 30% amilopektin yang sesuai. Biasanya amilopektin hadir sebagai komponen utama, dengan rasio umum 1:3 atau 25% amilosa dan 75% amilopektin. Namun, seperti, *barley* lili, jagung lili, beras lili, lili kentang, dan sorgum lili terdapat 100% amilopektin dan terdapat pati tinggi amilosa, seperti, amilomaisasi-5, dengan 53% amilosa dan 47% amilopektin, amilomaisasi-7, dengan 70% amilosa dan 30% amilopektin, dan kacang polong keriput dengan 66% amilosa dan 34% amilopektin (Robyt, 2008).



Gambar 8. Struktur kimia pati, a) Bagian molekul amilosa b) Bagian molekul amilopektin dengan rantai cabang α -1,6 (Robyt, 2008).

Dalam beberapa penelitian, pati yang termasuk dalam karbohidrat, banyak digunakan sebagai *bio-template*. Misalnya, larutan pati digunakan sebagai

biotemplat untuk sintesis ZSM-5 mesopori. Pengenalan mesopori tersebut ditemukan efektif mengingat semakin tinggi aktivitas zeolit mesopori dalam esterifikasi asam asetat dengan benzil alkohol. Penelitian yang dilakukan Che *et al.*, (2019) melakukan studi komparatif dari berbagai *green template*, seperti sukrosa, pati dan selulosa dengan molekul yang berbeda ukuran digunakan sebagai template lunak. Penambahan pati 10% menghasilkan keasaman dan porositas yang unggul, dibandingkan dengan yang lain katalis yang digunakan, dan ZSM-5 mesopori ini memberikan hasil yang tertinggi dalam pirolisis BTX katalitik biomassa (Kertens *et al.*, 2020). Penggunaan pati sebagai *green template* karena tidak bersifat toksik atau *biodegradable*, ramah lingkungan, mudah dihilangkan dari prekursor sintesis zeolit dan dapat berasal dari biomassa yang mempermudah penggunaannya.

2.10 Benih ZSM-5 (*Seed*)

Dalam sintesis ZSM-5 umumnya penggunaan cetakan organik seperti TPABr, TPAOH, TEAOH, TMAOH dan sebagainya sebagai agen pengarah struktur karena dapat membentuk dan menstabilkan kerangka zeolit. Namun, penggunaan cetakan organik sebagai agen pengarah struktur membutuhkan biaya produksi yang relative mahal, menyebabkan emisi gas berbahaya seperti NO_x dan CO₂ sebagai akibat dari penghilangan cetakan organik pada proses kalsinasi (Javdani *et al.*, 2019) serta waktu sintesis yang dibutuhkan lebih lama menyebabkan energi aktivasi pada nukleasi dan pertumbuhan kristal lebih tinggi (Wang *et al.*, 2020). Dalam beberapa tahun terakhir, metode lain yang dibantu benih untuk meningkatkan kristalinitas dan mempersingkat waktu telah dikembangkan untuk mensintesis ZSM-5 tanpa adanya agen *templating*. Penelitian saat ini banyak yang berhubungan dengan sintesis ZSM-5 menggunakan metode *seed-assisted*. Cara ini dapat memperkecil biaya produksi dan ramah lingkungan untuk menghasilkan zeolit dengan ukuran, bentuk, komposisi, dan struktur yang terkendali secara baik (Javdani *et al.*, 2019). Dalam metode *seed-assisted*, dengan menambahkan kristal benih ke campuran reaksi zeolit, terdapat tiga keunggulan: (a) pengurangan waktu sintesis, (b) arah sintesis menuju fase yang diinginkan dengan pengurangan

konsekuen dalam pengotor dan (c) mengendalikan zeolit ukuran partikel. Sintesis dengan metode *seed-assisted* dapat digunakan tidak hanya untuk mengurangi penggunaan OSDA tetapi juga untuk mengurangi biaya tambahan karena proses kalsinasi serta pencemaran udara akibat gas buang dihasilkan oleh pembakaran bahan organik (Iyoki *et al.*, 2014); (Chen *et al.*, 2018). Selain itu, penambahan kristal benih ke dalam campuran prekursor, laju kristalisasi akan meningkat dan mempersingkat waktu kristalisasi (Yu *et al.*, 2013). Oleh karena itu, metode *seed-assisted* membuka perspektif baru dalam peningkatan sintesis yang ekonomis dan ramah lingkungan pendekatan untuk zeolit ZSM-5 (Javdani *et al.*, 2019).

Menurut Iyoki *et al.* (2014), setidaknya terdapat empat persyaratan untuk sintesis zeolit yang berhasil dengan metode *seed assisted*: (a) benih zeolit tidak boleh larut sepenuhnya sebelum dimulainya pertumbuhan kristal selama perlakuan hidrotermal, (b) nukleasi spontan dari fase kristal lainnya tidak boleh terjadi sebelum selesainya pertumbuhan kristal zeolit target, (c) permukaan kristal benih harus terkena fase cair dan prekursor harus mengakses permukaan kristal benih, dan (d) komposisi kimia dari gel reaktan dan benihnya harus dioptimalkan.

Sintesis ZSM-5 dengan metode *seed-assisted* dapat dilakukan dengan menggunakan cetakan organik seperti TPAOH dan TPABr atau tanpa keberadaan cetakan organik. (Kang *et al.*, 2016) berhasil melakukan sintesis ZSM-5 menggunakan *seed* ZSM-5 nanokristalin. *Seed* disiapkan menggunakan silika dan alumina komersil dengan tambahan TPAOH sebagai cetakan organik, dengan menunjukkan ukuran kristal yang seragam dan kristalinitas relatif lebih besar dari 100%. Ukuran *seed* nano kristal dalam skala 100 nm didapatkan sebagai ukuran optimal untuk mendapatkan ZSM-5 yang seragam dan sangat kristal dengan stabilitas struktural. Skema seperti yang dilakukan Kang *et al.* (2016) melakukan sintesis ZSM-5 tanpa cetakan organik menggunakan metode *seed-assisted* ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Skema sintesis ZSM-5 tanpa cetakan organik menggunakan metode *seed-assisted* (Nada and Larsen, 2016).

2.11 Katalis

Katalis merupakan zat yang dapat mempengaruhi kecepatan reaksi tetapi zat tersebut tidak mengalami perubahan kimia pada akhir reaksi, sehingga katalis ini ikut dalam reaksi tetapi pada akhir reaksi diperoleh kembali. Katalis dapat menyediakan situs aktif yang berfungsi untuk mempertemukan reaktan dan menyumbangkan energi dalam bentuk panas sehingga molekul pereaktan mampu melewati energi aktivasi secara lebih mudah. Sifat-sifat katalis meliputi beberapa hal yang membuat menarik yaitu aktivitas, stabilitas, selektivitas, regenerasi umur dan kekuatan mekanik yang cukup baik. Secara umum katalis mempunyai 2 fungsi yaitu mempercepat reaksi menuju kesetimbangan atau fungsi aktivitas dan meningkatkan hasil reaksi yang dikehendaki atau fungsi selektivitas (Nasikin and Susanto, 2010).

Kemampuan suatu katalis dalam mempercepat laju reaksi dipengaruhi oleh berbagai faktor. Faktor-faktor yang mempengaruhi performa katalis antara lain:

- a. Sifat fisika dan kimia katalis;
- b. Kondisi operasi seperti temperatur,
- c. Tekanan, laju alir,

- d. Waktu kontak;
- e. Jenis umpan yang digunakan;
- f. Jenis padatan pendukung yang digunakan.

Karena ada banyak faktor yang mempengaruhi kinerja katalis dalam mempercepat laju reaksi, maka perlu dilakukan pemilihan katalis secara cermat sebelum menggunakan katalis dalam suatu proses tertentu. Pemilihan katalis yang tepat dalam suatu proses dapat menyebabkan proses yang diinginkan memiliki hasil yang optimal. Sedangkan pemilihan katalis yang tidak tepat dapat menyebabkan proses menjadi kurang efisien sehingga akibatnya juga menjadi kurang ekonomis. Bahkan pemilihan katalis yang tidak tepat bisa juga menyebabkan adanya efek toksisitas yang berbahaya ataupun dapat mencemari lingkungan (Lestari, 2010).

Katalis terbagi menjadi dua jenis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis yang memiliki fasa sama (*liquid*) dengan reaktan disebut sebagai katalis homogen. Umumnya katalis homogen bereaksi lebih cepat dan membutuhkan pemuatan katalis yang lebih rendah daripada heterogen. Namun, katalis homogen sulit dipisahkan dari medium dan penggunaan ulang biasanya tidak dimungkinkan. Selain itu, beberapa langkah pencucian untuk menghilangkan katalis dari produk-produk yang diperlukan dapat menghasilkan limbah (Saravanamurugan *et al.*, 2013). Beberapa material asam yang digunakan sebagai katalis yaitu AlCl_3 , HF, HCl, H_2SO_4 , dan sebagainya.

Katalis yang berada pada fase yang berbeda dengan reaktannya (dapat berupa padatan, cairan yang tidak dapat bercampur ataupun gas) disebut sebagai katalis heterogen. Katalis heterogen memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi, dapat digunakan pada kondisi reaksi yang kuat atau menggunakan suhu tinggi, mudah dipisahkan dari campuran reaksi, mudah digunakan, ramah lingkungan dan dapat di aktivasi kembali (Chorkendorff *and* Niemantsverdriet, 2003). Beberapa contoh katalis heterogen yaitu logam oksida seperti ZnO, NiO, TiO_2 , MgO, dan sebagainya, zeolit seperti zeolit Y, zeolit β , zeolit mordenit, dan ZSM-5.

Zeolit ZSM-5 dikenal memiliki aktivitas katalitik yang baik. Hal ini dikarenakan ukuran pori yang dapat disesuaikan sehingga interaksi molekul dengan situs aktif

ZSM-5 dapat dioptimalkan. Optimasi interaksi situs aktif dapat mempercepat laju reaksi dengan menghasilkan produk yang optimum. Oleh karena itu ZSM-5 banyak digunakan sebagai katalis dalam berbagai reaksi seperti yang tertera pada Tabel 3.

Tabel 3. Jenis reaksi menggunakan ZSM-5 sebagai katalis heterogen

No	Katalis Heterogen	Reaksi	Hasil Reaksi	Sumber
1	ZSM-5	<i>Methanol To Aromatics</i> (MTA)	Konversi methanol menjadi bahan aromatic mencapai >98%	Yang <i>et al.</i> , 2017
2	ZSM-5	Alkilasi benzil	Konversi reaktan mencapai 97,5%, dan selektivitas produk benzena sebesar 30,8%	Song <i>et al.</i> , 2018
3	ZSM-5	Oksidasi <i>benzyl alcohol</i>	Konversi <i>benzyl alcohol</i> (63%) dan selektivitas ZSM-5 tinggi	Sabarish and Unnikrishnan, 2020

Interaksi molekul dengan situs aktif pada ZSM-5 terjadi karena kehadiran situs Bronsted, Dimana hasil pembentukan gugus hidroksil di dalam struktur pori ZSM-5 yang memiliki medan elektrostatis tinggi menarik molekul-molekul reaktan organik sehingga terjadi penataan ulang ikatan terutama selama reaksi yang melibatkan pemecahan hidrokarbon. Pengaktifan situs Bronsted ini dapat dilakukan menggunakan asam mineral seperti asam klorida (HCl) atau asam sulfat (H₂SO₄) yang membentuk zeolit terprotonasi melalui pertukaran ion.

2.12 Sekam Padi

Sekam padi merupakan lapisan keras yang meliputi kariopsis yang terdiri dari dua belahan yang disebut *lemma* dan *palea* yang saling bertautan. Pada proses penggilingan beras sekam akan terpisah dari butir beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Sekam dikategorikan sebagai biomassa yang dapat digunakan untuk berbagai kebutuhan seperti bahan baku industri, pakan ternak dan energi atau bahan bakar. Proses penggilingan padi biasanya akan diperoleh

sekam sekitar 20-30%, dedak antara 8-12% dan beras giling antara 50-63,5% data bobot awal gabah. Sekam padi yang umum ditemui memiliki ciri fisik berwarna kekuningan atau keemasan seperti terlihat pada Gambar 10. Sekam padi memiliki kerapatan jenis 1,125 kg/m³, nilai kalori 1 kg sekam padi sebesar 3300 kkalori. Sekam padi mempunyai panjang sekitar 5-10 mm dan lebar 2,5- 5 mm (Siahaan, 2013).



Gambar 10. Sekam Padi (<https://id.wikipedia.org/wiki/Sekam>).

Sekam padi dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan yaitu:

- a. Sebagai bahan baku pada industri kimia, terutama kandungan zat kimia furfural yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam berbagai industri kimia.
- b. Sebagai bahan baku pada industri bahan bangunan, terutama kandungan silika (SiO₂) yang dapat digunakan untuk campuran pada pembuatan semen *portland*, bahan isolasi, *husk-board* dan campuran pada industry bata merah.
- c. Sebagai sumber energi panas pada berbagai keperluan manusia, kadar selulosa yang cukup tinggi dapat memberikan pembakaran yang merata dan stabil.

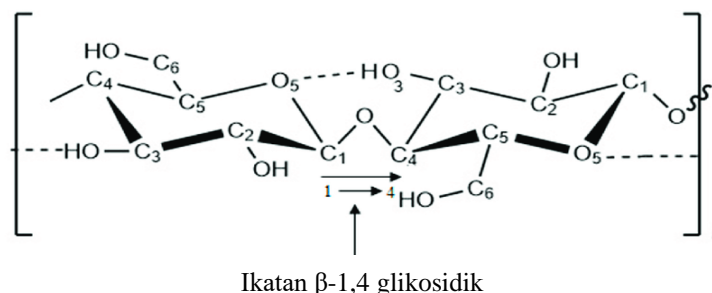
Sekam padi termasuk dalam residu agrikultural yang ketersediaannya sangat melimpah, dengan kandungan yang dimiliki 24,3% hemiselulosa, 34,4% selulosa, dan 19,2% lignin (Soltani *et al.*, 2015). Sekam padi dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam bidang agro industri. Selain itu, sekam padi dapat digunakan sebagai bahan bakar, bahan baku pembuatan arang aktif, kertas karbon dan batu baterai (Siahaan, 2013). Sekam padi juga dapat digunakan sebagai substrat untuk

menghasilkan enzim dan sumber karbon untuk produksi etanol. Sekam padi tidak hanya sumber energi potensial, tetapi juga produk sampingan bernilai tambah.

Kandungan selulosa yang cukup tinggi dalam sekam padi membuat penanganan terhadap limbah tersebut cukup diminati. Salah satunya penelitian Johar *et al.*, 2012 dilakukan ekstraksi *nanofibers* selulosa yang bersumber dari sekam padi dengan melakukan variasi *treatment* ekstraksi seperti *fibers* tanpa perlakuan, *fibers* diperlakukan alkali dan *fibers* dilakukan *bleaching*. Hasilnya diperoleh perlakuan alkali efisien menurunkan kadar hemiselulosa dengan kadar selulosa yang diperoleh sebesar 57%, sedangkan perlakuan *bleaching* hampir menghilangkan kandungan hemiselulosa dan liginin dengan menghasilkan selulosa hampir 96%.

2.13 Selulosa

Selulosa merupakan polimer dengan rumus kimia $(C_6H_{10}O_5)_n$, polisakarida yang terdiri dari rantai linier beberapa ratus hingga ribuan unit D-glukosa yang terhubung dengan $\beta(1 \rightarrow 4)$. Kebanyakan serat untuk pembuat pulp mempunyai derajat polimerisasi 600-1.500. Selulosa terdapat pada sebagian besar dalam dinding sel dan bagian-bagian berkayu dari tumbuh-tumbuhan (Siró and Plackett, 2010). Selulosa mempunyai peran yang menentukan karakter serat dan memungkinkan penggunaannya dalam pembuatan kertas. Pembuatan pulp diharapkan serat-serat mempunyai kadar selulosa yang tinggi. Molekul selulosa seluruhnya berbentuk linier dan mempunyai kecenderungan kuat membentuk ikatan-ikatan hidrogen, baik dalam satu rantai polimer selulosa maupun antar rantai polimer yang berdampingan seperti pada Gambar 11. Ikatan hidrogen ini menyebabkan selulosa bisa terdapat dalam ukuran besar dan memiliki sifat kekuatan tarik yang tinggi (Johar *et al.*, 2012).



Gambar 11. Struktur kimia selulosa (Sampath *et al.*, 2016).

Sifat-sifat selulosa terdiri dari sifat fisika dan sifat kimia. Selulosa dengan rantai panjang mempunyai sifat fisik yang lebih kuat, lebih tahan lama terhadap degradasi yang disebabkan oleh pengaruh panas, bahan kimia maupun pengaruh biologis (Siró *and* Plackett, 2010). Sifat kimia selulosa adalah tahan terhadap alkali kuat (17.5% berat) tetapi dengan mudah terhidrolisis oleh asam menjadi gula yang larut air dan selulosa relatif tahan terhadap agen pengoksidasi dengan ketahanan panas serat selulosa adalah mencapai temperatur 211 - 280°C tergantung pada jenis seratnya (Gupta *et al.*, 2015). Sifat fisika dari selulosa yang penting adalah panjang, lebar dan tebal molekulnya. Sifat fisik lain dari selulosa adalah:

1. Dapat terdegradasi oleh hidrolisa, oksidasi, fotokimia maupun secara mekanis sehingga berat molekulnya menurun.
2. Tidak larut dalam air maupun pelarut organik, tetapi sebagian larut dalam larutan alkali.
3. Dalam keadaan kering, selulosa bersifat higroskopis, keras dan rapuh. Bila selulosa cukup banyak mengandung air maka akan bersifat lunak. Jadi fungsi air disini sebagai pelunak.
4. Selulosa dalam kristal mempunyai kekuatan lebih baik jika dibandingkan dengan bentuk amorfnya.

(Fengel dan Wenger, 1995).

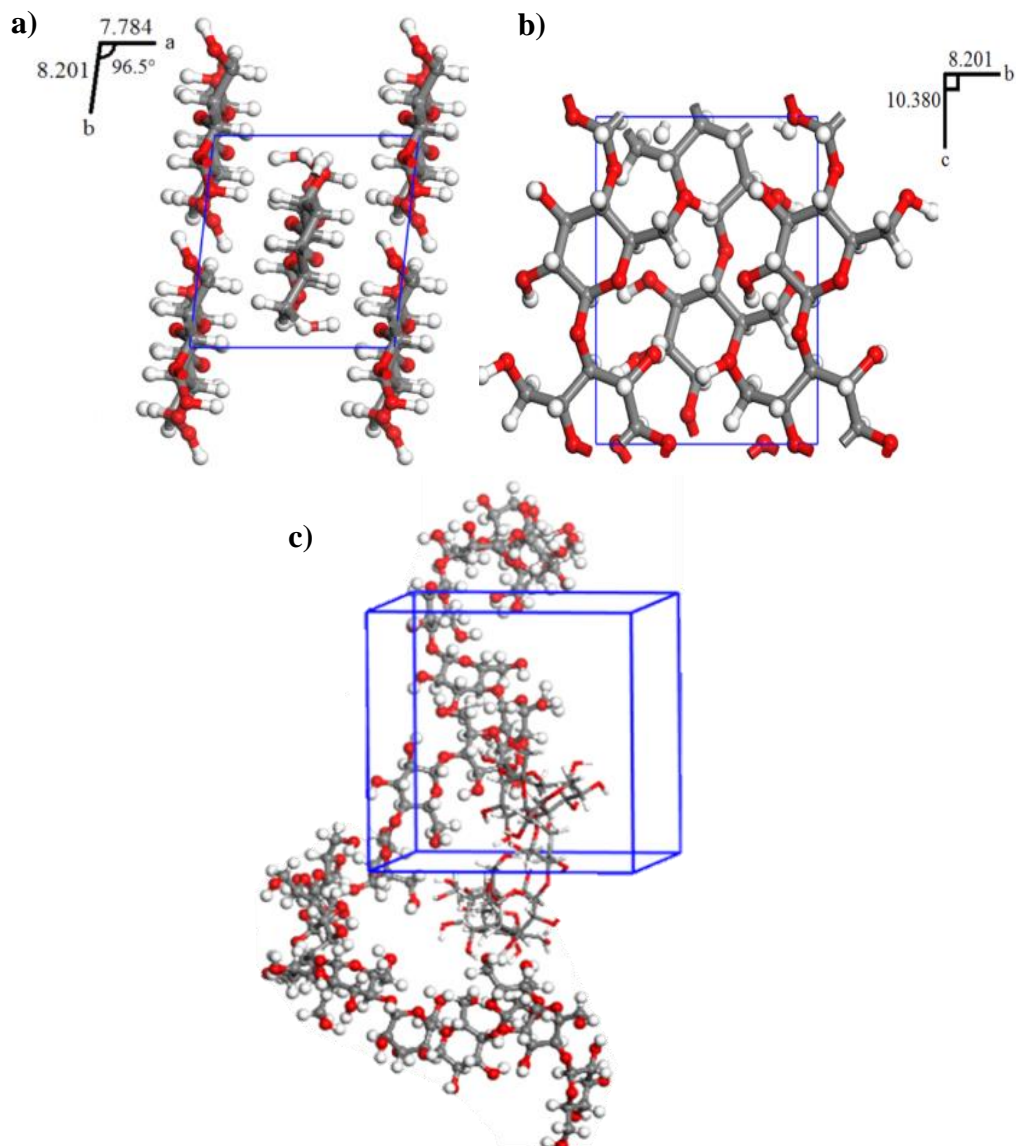
Berdasarkan derajat polimerisasi (DP), maka selulosa dapat dibedakan atas tiga jenis yaitu:

- a. Selulosa α (*Alpha Cellulose*) adalah selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan DP (derajat

polimerisasi) berkisar 600-1500. Selulosa α dipakai sebagai penduga dan atau penentu tingkat kemurnian selulosa

- b. Selulosa β (*Betha Cellulose*) adalah selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5%, atau basa kuat dengan DP berkisar 15- 90, dapat mengendap bila dinetralkan
- c. Selulosa μ (*Gamma Cellulose*) adalah sama dengan selulosa β , tetapi DP- nya kurang daripada 15

(Sampath *et al.*, 2016).



Gambar 12. Sel satuan kristal selulosa dilihat pada bidang (a) bc, (b) ab, dan (c) selulosa dengan dua rantai (Kode warna: C, abu-abu; O, merah; H, putih. Panjang dimensi molekul: Å) (Meng *et al.*, 2015)

Selulosa α memiliki sel unit triklinik satu rantai dan selulosa β memiliki sel unit monoklinik dua rantai, keduanya berisi rantai parallel yang ditumpuk dalam lapisan datar yang berada di atas satu sama lain (Nishiyama *et al.*, 2002). Keduanya banyak ditemukan dalam tanaman, namun kandungan selulosa β diketahui lebih dominan ditemukan. Perbedaan utama di antara keduanya terletak pada susunan lapisan yang berikatan hydrogen satu sama lain. Dalam kristal selulosa β , rantai selulosa disatukan oleh beberapa interaksi. Ikatan hidrogen (O-H \cdots O) terbentuk antara rantai samping yang sama serta antar rantai yang berbeda di lembar yang sama, yaitu bidang yang terdapat pada cincin glukosa seperti yang terlihat pada Gambar 12. Tumpukan lembaran disatukan oleh ikatan C-H \cdots O yang lebih lemah, interaksi van der Waals, dan efek hidrofobik (Penttilä, 2013). Setiap kristal selulosa β dalam kayu diperkirakan terbentuk dari sekitar 15-30 rantai selulosa, sehingga kristal selulosa memiliki lebar 2-4 nm yang dihitung secara eksperimental (Fernandes *et al.*, 2011).

Selulosa banyak ditemukan dalam biomassa, seperti batang kayu, tongkol jagung, kulit pisang, jerami, batang tebu, sekam padi, dan kapas dengan persentase kandungan selulosa seperti dalam Tabel 4. Kandungan selulosa dalam setiap biomassa dapat dimanfaatkan untuk berbagai tujuan. Konversi selulosa dari tanaman energi menjadi biofuel seperti etanol selulosa sedang dikembangkan sebagai sumber bahan bakar terbarukan, salah satunya dalam produksi glukosa melalui reaksi hidrolisis.

Tabel 4. Persentase selulosa yang ada di berbagai sumber tanaman

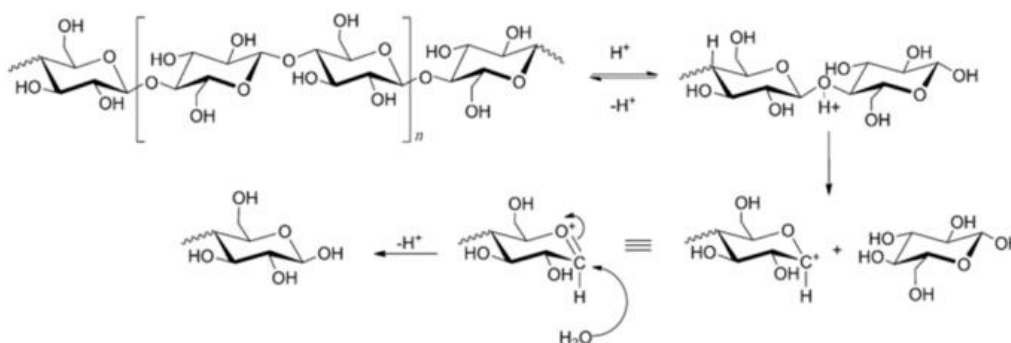
Sumber	Kandungan Selulosa (%)	Referensi
Sekam padi	94,2	Kalita <i>et al.</i> , 2015
Pisang	16,62	Khawas and Deka, 2016
Jerami padi	71	Nasrabadi <i>et al.</i> , 2014
Kayu putih (<i>Eucalyptus</i>)	76	Theng <i>et al.</i> , 2015

2.14 Reaksi Hidrolisis

Hidrolisis adalah reaksi kimia antara air dengan suatu zat lain yang menghasilkan satu zat baru atau lebih dan juga menyebabkan suatu larutan terdekomposisi

dengan menggunakan air. Reaksi hidrolisis pada umumnya merupakan reaksi endoterm (memerlukan kalor) (Kobayashi *et al.*, 2013). Secara kimia dan fisiologi, hidrolisis merupakan reaksi dekomposisi ganda dengan air sebagai reaktannya, jadi ketika suatu senyawa diwakili oleh AB (misalnya) dimana A dan B merupakan gugus dan HOH adalah air yang dapat terjadi secara reversibel. Selain air sebagai reaktan dan produk hidrolisis, bisa jadi molekul netral melibatkan senyawa organik atau molekul ionik seperti hidrolisis garam, asam dan basa (Kang *et al.*, 2018).

Hidrolisis diterapkan pada reaksi kimia yang berupa organik atau anorganik dimana air mempengaruhi dekomposisi ganda dengan campuran yang lain, hidrogen akan membentuk satu komponen dan hidroksil ke komponen yang lain (Osvaldo dkk., 2012). Hal ini dapat dilihat pada reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa, dimana selulosa merupakan polimer glukosa dengan ikatan β -1,4 glukosida dalam rantai lurus sehingga ketika selulosa dihidrolisis maka ikatan ikatan β -1,4 akan lepas dan akan menghasilkan glukosa. Mekanisme reaksi hidrolisis yang terjadi antara selulosa dengan suatu asam yaitu gugus H^+ nya akan mengubah serat menjadi gugus radikal. Gugus radikal ini akan berikatan dengan OH dari molekul air sehingga akan menghasilkan glukosa (Johar *et al.*, 2012). Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa dengan asam terdapat pada Gambar 13.



Gambar 13. Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa (Muhaimin *et al.*, 2018).

Penelitian Intaramas *et al.*, (2018) melakukan hidrolisis selulosa menggunakan katalis asam melalui metode *solid state mixed-milling* dan *thermo-hydrolysis* untuk meningkatkan efisiensi produksi glukosa. Hasil penelitian menunjukkan

bahwa proses *solid state mixed-milling* katalis (24 jam) yang dilanjutkan dengan *thermo-hydrolysis* pada suhu 140 C selama 6 jam menggunakan HA-L-SO₃H memberikan hasil tertinggi konversi pati 93,72% sesuai dengan hasil glukosa 37,45% dan selektivitas 83%.

Hidrolisis selulosa menjadi sakarida yang larut dalam air, adalah teknologi kunci untuk memperoleh manfaat gula dari vegetasi seperti rumput, pertanian dan limbah kayu, tanpa ketentuan konsumsi. Gula bisa diubah menjadi berbagai bahan kimia penting industri, termasuk etanol, hidrokarbon, dan bahan awal untuk produksi polimer (Yamaguchi *et al.*, 2009).

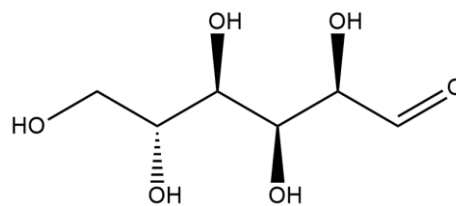
2.15 Glukosa

Glukosa termasuk salah satu karbohidrat terpenting yang digunakan sebagai sumber tenaga bagi hewan dan tumbuhan. Glukosa merupakan salah satu hasil utama fotosintesis dan awal bagi respirasi. Bentuk alami (D-glukosa) disebut juga dekstrosa, terutama pada industri pangan. Glukosa (C₆H₁₂O₆, berat molekul 180,18 g/mol) adalah heksosa monosakarida yang mengandung enam atom karbon. Glukosa merupakan aldehida (mengandung gugus -CHO). Lima karbon dan satu oksigennya membentuk cincin yang disebut "cincin piranosa", bentuk paling stabil untuk aldosa berkarbon enam. Dalam cincin ini, tiap karbon terikat pada gugus samping hidroksil dan hidrogen kecuali atom kelimanya, yang terikat pada atom karbon keenam di luar cincin, membentuk suatu gugus CH₂OH (Intaramas *et al.*, 2018).

Glukosa sebagai sumber energi yang ada di setiap organisme dan sangat penting untuk memicu respirasi sel aerobik dan anaerobik. Glukosa masuk ke dalam tubuh dalam bentuk isometrik seperti galaktosa dan fruktosa (monosakarida), laktosa dan sukrosa (disakarida), atau pati (polisakarida). Tubuh menyimpan kelebihan glukosa sebagai glikogen (polimer glukosa), yang dibebaskan pada saat puasa. Glukosa juga dapat diturunkan dari produk penguraian lemak dan protein melalui proses glukoneogenesis. Glukosa bisa dibentuk dari formaldehida pada keadaan

abiotik, sehingga akan mudah tersedia bagi sistem biokimia primitif (Huang *and* Fu, 2013).

Hal yang semakin penting bagi organisme tingkat atas merupakan kecenderungan glukosa, dibandingkan dengan gula heksosa yang lain, yang tidak mudah bereaksi secara nonspesifik dengan gugus amino suatu protein. Reaksi ini (glikosilasi) mereduksi atau bahkan merusak fungsi bermacam enzim. Rendahnya laju glikosilasi ini disebabkan glukosa yang biasanya berada dalam isomer siklik yang kurang reaktif (Hu *et al.*, 2015). Glukosa juga berfungsi sebagai prekursor untuk sintesis karbohidrat lain, misalnya glikogen, galaktosa, ribosa, dan deoksi ribosa. Struktur glukosa dapat dilihat pada Gambar 14.



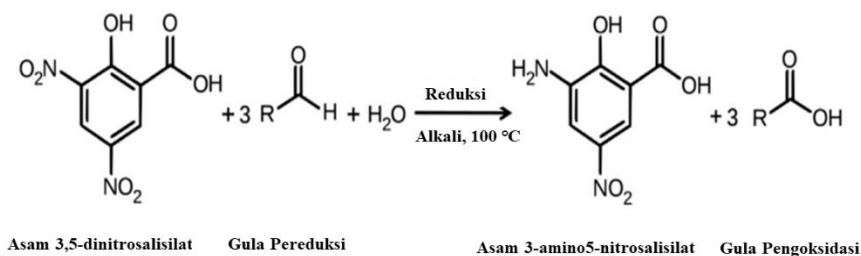
Gambar 14. Struktur Glukosa (Huang *and* Fu, 2013)

Glukosa dan fruktosa diikat secara kimiawi menjadi sukrosa. Pati, selulosa, dan glikogen merupakan polimer glukosa umum polisakarida). Dekstrosa terbentuk akibat larutan D-glukosa berotasi terpolarisasi cahaya ke kanan. Dalam kasus yang sama D-fruktosa dinamakan "levulosa" sebab larutan levulosa berotasi terpolarisasi cahaya ke kiri.

2.16 Metode DNS

Metode kuantitatif dapat digunakan dalam menentukan kadar gula pereduksi yaitu metode *dinitrosalicylic* (DNS). Metode DNS dengan menggunakan pereaksi DNS untuk mengukur gula reduksi yang dihasilkan dalam reaksi hidrolisis pati ataupun reaksi isomerisasi glukosa memiliki tingkat ketelitian yang tinggi sehingga dapat diaplikasikan pada gula dengan kadar yang sangat kecil. Metode DNS dipilih pada penelitian ini karena merupakan metode yang praktis dan mudah dilakukan untuk pengukuran sampel (Hasanah dan Saskiawan, 2015).

DNS merupakan senyawa aromatis yang akan bereaksi dengan gula reduksi membentuk asam-3-amino-5-dinitrosalisilat yang merupakan suatu senyawa yang mampu menyerap dengan kuat radiasi gelombang elektromagnetik pada Panjang gelombang 540 nm (Irawati, 2016). Pereaksi DNS dapat bekerja dengan adanya komponen pendukung yang membantu kerja DNS yaitu KNa-Tartarat, fenol, sodium bisulfit (Na_2SO_3), dan natrium hidroksida (NaOH) (Irawati, 2016). Prinsip pengujian dengan metode dinitrosalisilat (DNS) adalah gugus aldehid pada rantai polisakarida dioksidasi menjadi gugus karboksil, disaat yang bersamaan, gugus aldehid gula akan mereduksi asam 3,5-dinitrosalisilat menjadi asam 3-amino-5-nitrosalisilat seperti ditunjukkan Gambar 15. Reaksi tersebut akan berlangsung terus-menerus selama terdapat gula pereduksi dalam larutan yang diujikan (Hasanah dan Saskiawan, 2015). Adanya gula pereduksi pada sampel akan bereaksi dengan larutan DNS yang awalnya berwarna kuning menjadi warna jingga kemerahan (Irawati, 2016).



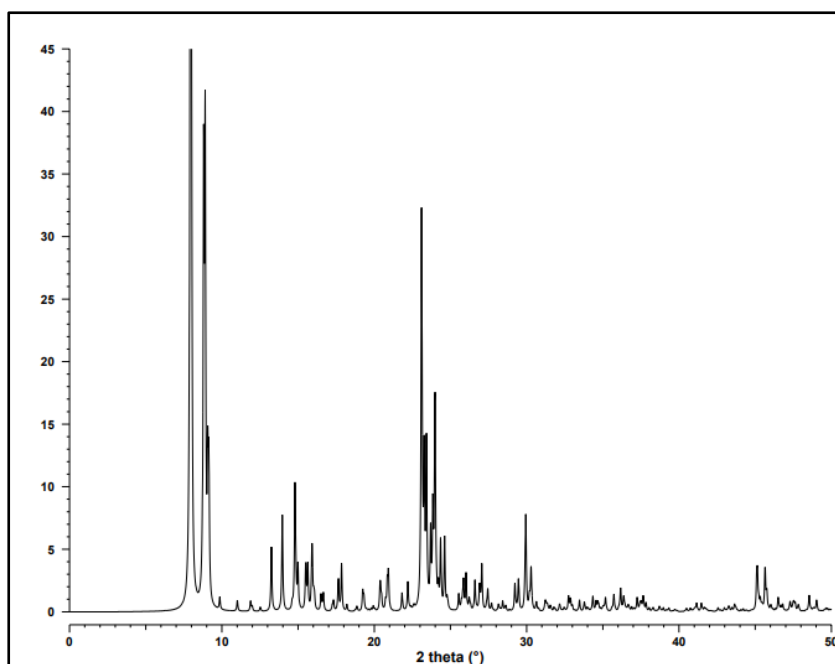
Gambar 15. Prinsip uji gula pereduksi berdasarkan metode DNS (Thongprajukaew *et al.*, 2014).

2.17 Karakterisasi

2.17.1 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu juga, XRD dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal dan orientasi kristal. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang ($\lambda \approx 400\text{-}800\text{ nm}$) (Smallman dan Bishop, 2000). Panjang gelombang sinar-X ini merupakan dasar digunakannya

teknik difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur mikroskopis suatu bahan. Melalui analisis XRD, diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral. Menurut *International Zeolite Association* (IZA), zeolit ZSM-5 memiliki difraktogram standar yang digunakan sebagai acuan atau baku. Zeolit ZSM-5 memiliki puncak-puncak karakteristik pada 2θ yang dijadikan sebagai acuan yaitu $7,96^\circ$; $8,86^\circ$; $9,08^\circ$; $23,16^\circ$ dan $23,98^\circ$. Hasil penelitian yang dilakukan (Yulianti, 2017) telah berhasil melakukan sintesis ZSM-5 dengan penambahan benih yang karakteristiknya puncak yang dihasilkan mirip dengan puncak-puncak standar ZSM-5. Difraktogram standar ZSM-5 berdasarkan *International Zeolite Association* (IZA) dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Difraktogram standar dari ZSM-5 (Sumber: <http://izasc-mirror.la.asu.edu/fmi/xsl/IZA-SC>).

Puncak-puncak yang dihasilkan pada difraktogram dapat memuat informasi mengenai fasa kristal, ukuran kristal (*crystallite size*), dan tingkat kristalinitas suatu material. Semakin tinggi puncak yang muncul pada difraktogram, maka fasa kristal tersebut semakin bersifat kristalin. Namun setiap fasa kristal yang dihasilkan suatu material memberikan tingkat kristalinitas yang berbeda-beda sehingga untuk menghitung tingkat kristalinitas suatu material dapat ditentukan

melalui perhitungan dengan metode Gaussian *peaks* berdasarkan Persamaan 3 (Ahvenainen *et al.*, 2016).

$$Kristalinitas = \frac{A_{cr}}{A_{cr} + A_{am}} \times 100\% \quad (3)$$

Keterangan:

A_{cr} = Luas area kristalin hasil analisis sampel

A_{am} = Luas area amorf hasil analisis sampel

Selain tingkat kristalinitas, difraktogram hasil analisis XRD dapat memberikan informasi mengenai ukuran kristal suatu material dari setiap puncak yang diperoleh. Puncak yang dihasilkan digunakan untuk menentukan ukuran rata-rata kristal nano menggunakan persamaan *Scherrer's* pada Persamaan 4 (Monshi *et al.*, 2012):

$$L = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

Keterangan:

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta *Scherrer's* (0.9)

λ = Panjang gelombang sinar-X (0,154056 Å)

β = Nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

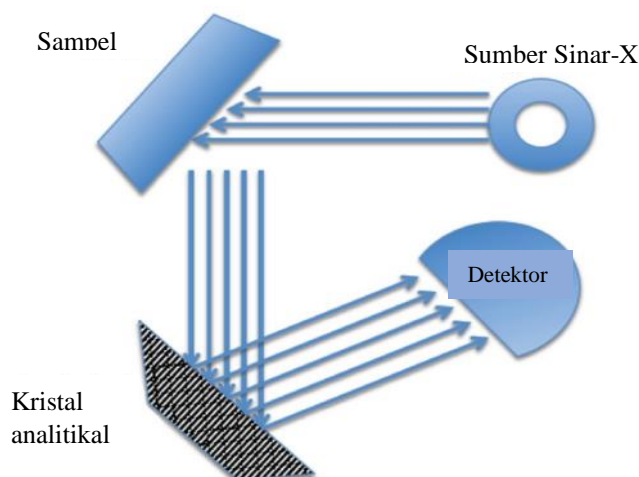
θ = Sudut difraksi (derajat)

2.17.2 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) adalah teknik analisis unsur yang memberikan informasi kimia kuantitatif. XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi (kimia) unsur penyusun suatu bahan atau material. Analisis ini menghasilkan jenis-jenis unsur dan konsentrasi dari masing-masing unsur tersebut melalui pengukuran fluoresensi sinar-X (sekunder yang dipancarkan oleh sampel ketika dieksitasi oleh sumber sinar-X primer (Lemigas, 2022)). Analisis lain seperti EDS yang digabungkan dengan SEM dapat menunjukkan konsentrasi unsur yang terdapat dalam sampel, namun batas deteksi XRF lebih baik daripada EDS. Perbedaan utama antara EDS dan XRF dalam mekanisme pengumpulan sinyal. Sedangkan

EDS menggunakan Si (Li) detektor, XRF menggunakan kristal analitik untuk membedakan sinar-X yang datang dari permukaan sampel. Ini membuat resolusi puncak XRF lebih baik daripada EDS. Kristal analitik dengan komposisi yang diketahui memberikan jarak antarplanar yang tetap antara bidang atom dalam kristal yang memfasilitasi diferensiasi sinar-X yang dipancarkan dari sampel yang sedang diselidiki (Nasrollahzadeh *et al.*, 2019).

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena berkas berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi dari pada energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian, atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Diagram skema sistem deteksi sinar-X yang digunakan dalam teknik XRF ditunjukkan pada Gambar 17.



Gambar 17. Skema deteksi sinar-X dengan Teknik XRF (Nasrollahzadeh *et al.*, 2019).

Sinar-X yang dihasilkan merupakan gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) yang berasal bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum *discreet* yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang

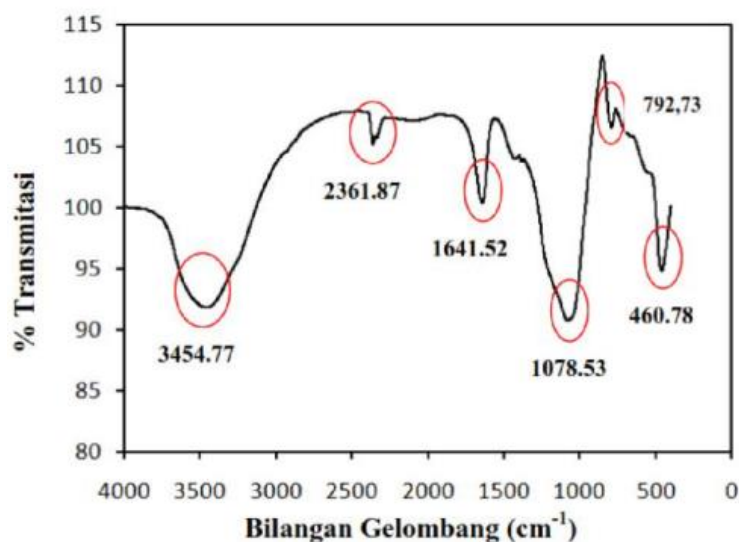
terjadi dalam atom bahan. Spectrum ini dikenal dengan spektrum sinar-X karakteristik. Spektrometri XRF memanfaatkan sinar-X yang dipancarkan oleh bahan yang selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan (Channoy *et al.*, 2018). Bahan yang dianalisis dapat berupa padat massif, pelet, maupun serbuk. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut diatas ditangkap oleh oleh detektor semi konduktor Silikon Litium (SiLi).

2.17.3 *Fourier Transform InfraRed (FTIR)*

Fourier Transform InfraRed (FTIR) merupakan teknik yang digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas atau *Raman Scattering* dari sampel padat, cair, dan gas bertujuan untuk menganalisa senyawa kimia dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu (Muhaimin *et al.*, 2018). Penyerapan gelombang elektromagnetik dapat menyebabkan terjadinya eksitasi tingkat-tingkat energi dalam molekul berupa eksitasi elektronik, vibrasi atau rotasi. Pembagian daerah panjang gelombang sinar inframerah terbagi dalam daerah IR dekat ($14290\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$), IR jauh ($700\text{-}200\text{ cm}^{-1}$) dan IR tengah ($4000\text{-}666\text{ cm}^{-1}$). *Spectroscopy FTIR* menggunakan sistem optik dengan laser yang berfungsi sebagai sumber radiasi yang kemudian diinterferensikan oleh sinar inframerah agar sinyal radiasi yang diterima oleh detektor memiliki kualitas yang baik dan bersifat utuh. Seperti spektroskopi UV-Vis, FTIR bergantung pada transmisi radiasi melalui sampel. Namun, bergerak dari UV dan terlihat ke daerah inframerah dari spektrum elektromagnetik memungkinkan untuk mendeteksi keadaan vibrasi molekul, yang memberikan informasi tentang kimia struktur dan ikatan (Dyamenahalli *et al.*, 2015).

Molekul dapat menyerap energi dalam rentang energi inframerah, harus memiliki modus getaran yang menyebabkan pergeseran momen dipol. Momen dipol ini dapat disebabkan baik oleh dipol permanen, yang terjadi ketika dua atom dalam

molekul memiliki elektronegativitas yang berbeda secara signifikan, atau peregangan atau pembengkokan asimetris dalam molekul yang tidak memiliki dipol permanen. Atom penyusun yang bertanggung jawab untuk dipol momen akan mempengaruhi energi yang dibutuhkan untuk menggetarkan atau meregangkan ikatan, yang memungkinkan puncak serapan IR dihubungkan dengan struktur kimia. Spektrum ini bertindak sebagai sidik jari untuk jenis ikatan tertentu, memungkinkan identifikasi dan hubungan antar ikatan (Dyamenahalli *et al.*, 2015). Hal ini dapat dilihat pada pola FTIR silika yang telah dilakukan oleh (Rilyanti *et al.*, 2020) yang diperoleh dari hasil ekstraksi abu ampas tebu dapat dilihat pada Gambar 18.



Gambar 18. Pola FTIR silika dari abu ampas tebu (Rilyanti *et al.*, 2020).

Pola FTIR silika abu ampas tebu diatas mengkonfirmasi adanya gugus silanol (Si-OH) pada bilangan gelombang 3454,77 cm⁻¹ dan siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan pada bilangan gelombang 1641,52 hingga 1100 cm⁻¹, sedangkan pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang 792,73 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi simetri -OSi-O dan -OAl-O serta vibrasi tekuk dari O-Si-O yang ditunjukkan -- pada bilangan gelombang 460,78 cm⁻¹ (Rilyanti *et al.*, 2020).

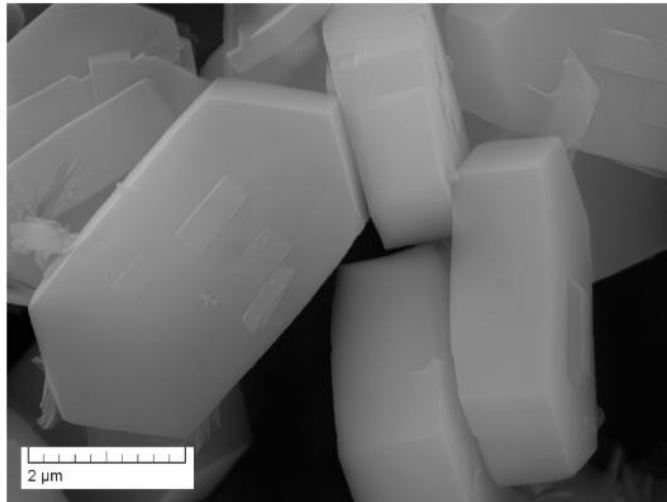
2.17.4 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

SEM merupakan jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron berenergi tinggi untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan komposisi pencemaran suatu bahan. Hasil SEM berupa *scanning electron micrograph* yang menyajikan bentuk tiga dimensi berupa gambar atau foto dengan berbagai lekukan dan tonjolan. Mikroskop ini digunakan untuk mempelajari struktur permukaan objek yang dapat diperbesar antara 1.000-40.000 kali (Smallman dan Bishop, 2000).

Prinsip kerja dari SEM yaitu gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* yang diberi energi menyediakan medan magnet bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan dikumpulkan oleh detektor sekunder (*backscatter*). Gambar yang dihasilkan meliputi ribuan titik intensitas di permukaan *Cathode Ray Tube (CRT)* sebagai topografi.

Semua sampel harus dapat menangani tekanan rendah di dalam ruang hampa ruang. Interaksi insiden elektron dan permukaan sampel adalah ditentukan oleh laju percepatan elektron insiden, yang membawa sejumlah energi kinetik sebelum difokuskan ke sampel. Saat elektron bersentuhan dengan sampel, energi elektron dilepaskan dari permukaan Sampel. Pola pencar yang dibuat oleh interaksi menghasilkan informasi tentang ukuran, bentuk, tekstur dan komposisi sampel (Qin *et al.*, 2013).

Berbagai detektor digunakan untuk menarik berbagai jenis elektron yang tersebar, termasuk sekunder dan *backscattered electron* dan sinar-x. Hamburan balik elektron merupakan insidental yang dipantulkan ke belakang gambar memberikan data komposisi berkaitan dengan deteksi unsur dan senyawa. Pembesaran gambar hingga 10 nanometer dan meskipun tidak sekuat TEM, interaksi intens yang terjadi pada permukaan spesimen memberikan kedalaman pandang yang lebih besar, resolusi lebih tinggi dan gambar permukaan lebih rinci (Choudhary *and* Priyanka, 2017). Mikrograf SEM ZSM-5 dapat dilihat pada Gambar 19.



Gambar 19. SEM dari ZSM-5 (Qin *et al.*, 2013).

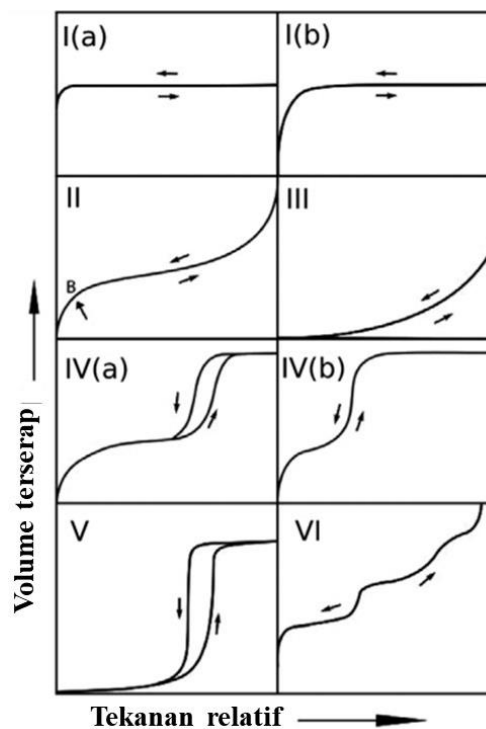
2.17.5 Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Isoterm BET merupakan salah satu metode penentuan luas permukaan zat padat dengan prinsip adsorpsi molekul gas pada permukaan padatan berdasarkan fisisorpsi (*physisorption*). Isoterm BET menyediakan informasi dasar untuk teknik analisis penentuan luas permukaan spesifik suatu material (Affandi *et al.*, 2009). Luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori merupakan faktor penentu kerja suatu adsorben. Suatu bahan padatan seperti adsorben, memiliki luas permukaan yang dapat dibedakan menjadi luas permukaan eksternal (makroskopik) yang meliputi permukaan luar bahan dan internal (mikroskopik) yang meliputi semua pori-pori kecil, celah, dan rongga pada padatan (Thommes *et al.*, 2015).

Fisorpsi terjadi ketika gas menyerap (adsorptif) dibawa untuk berinteraksi dengan permukaan padatan (penyerap). Kepadatan molekul gas meningkat mendekati permukaan akibat gaya *van der Waals*. Gas yang diserap molekul dalam ruang kepadatan yang meningkat disebut sebagai adsorbat. Penyerapan tersebut menghasilkan data adsorpsi yang sering diperoleh dalam bentuk adsorpsi isotherm, yaitu jumlah gas yang teradsorpsi dicatat sebagai fungsi tekanan adsorptif pada suhu konstan dengan plot jumlah gas yang terserap terhadap tekanan relatif (P/P_0). Namun, istilah adsorpsi isotherm biasanya digunakan tidak hanya menggambarkan proses adsorpsi gas tetapi terdapat proses desorpsi yang

menunjukkan jumlah gas yang diserap semakin berkurang. Sedangkan terdapat istilah adsorpsi histeresis yang muncul ketika kurva adsorpsi dan desorpsi tidak bertepatan (Schlumberger *and* Thommes, 2021).

Bentuk dari isotherm adsorpsi cairan murni pada material permukaan datar dan pori bergantung pada pengaruh antara kekuatan interaksi gabungan fluida-dinding dan fluida-fluida dengan pengaruh yang dihasilkan dari struktur pori adsorben. Pengaruh tersebut yang membuat bentuk isotherm diklasifikasikan menjadi beberapa karakteristik menurut IUPAC seperti terlihat pada Gambar 20.



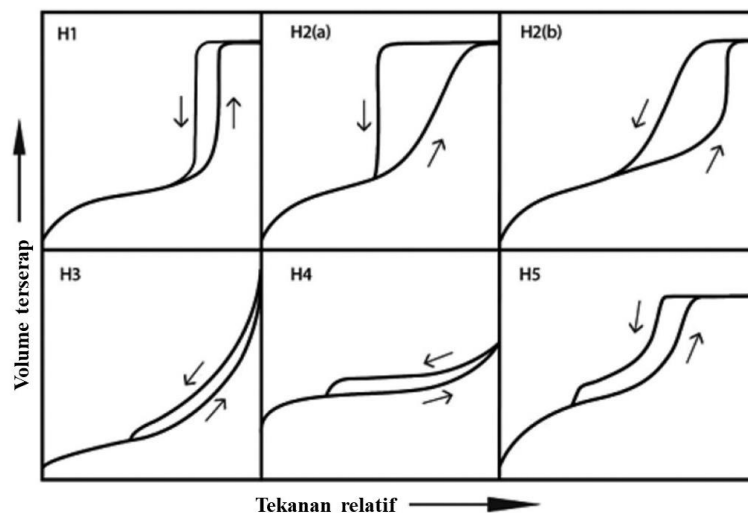
Gambar 20. Klasifikasi IUPAC isotherm fisisorpsi (Schlumberger *and* Thommes, 2021).

Tipe grafik isotherm adsorpsi dapat diklasifikasikan menjadi 6 tipe yaitu:

- a. Isotherm tipe I merupakan tipe untuk adsorben mikropori, karena penyerapan gas dibatasi oleh mikropori yang dimiliki seperti ukuran $<0,7$ nm dapat menimbulkan isotherm tipe I(a) sedangkan untuk penyerapan pada ukuran pori yang lebih besar (lebih rendah dari $\approx 2,5$ nm) termasuk supermikropori menimbulkan isotherm tipe I(b)
- b. Isotherm tipe II merupakan fisisorpsi pada bahan tidak berpori atau makropori dengan permukaan *heterogeny*

- c. Isotherm tipe III merupakan padatan tidak berpori, dimana interaksi fluida-dinding relatif lemah dan adsorbat tidak sepenuhnya membasahi permukaan
 - d. Isotherm tipe IV merupakan tipe untuk material mesopori, dimana pembentukan monolayer-multilayer diikuti oleh kondensasi pori, isotherm tipe IV(a) dengan histerisis dapat dibedakan dengan tipe IV(b) tanpa histerisis. Histerisis dapat terjadi ketika lebar pori melebihi lebar bagian kritis yang tergantung pada adsoratif dan suhu. Histerisis terjadi pada ukuran pori lebih besar dari ≈ 4 nm.
 - e. Isotherm tipe V merupakan pengelompokan molekul yang diikuti pengisian pori disertai dengan histerisis
 - f. Isotherm tipe VI merupakan padatan tidak berpori yang sangat seragam menunjukkan lapisan demi lapisan adsorpsi
- (Schlumberger *and* Thommes, 2021).

Histerisis loop yang terjadi terkait kondensasi pori dapat dihubungkan dengan metastabilitas adsorpsi, tetapi terdapat kontribusi tambahan yang berasal dari efek jaringan pori yang mempengaruhi bentuk histerisis loop. Korelasi antara bentuk histerisis loop dan struktur adsorben dapat diklasifikasikan dalam lima jenis histerisis loop yang berbeda berdasarkan IUPAC 1985 (Thommes *et al.*, 2015) yaitu H1, H2(a), H2(b), H3, H4, dan H5 seperti pada Gambar 21.



Gambar 21. Klasifikasi IUPAC dari histerisis loop (Thommes *et al.*, 2015).

Loop tipe H1 dapat ditemukan pada material yang menunjukkan kisaran mesopori sempit yang seragam, sedangkan untuk histerisis loop tipe H2 memberikan

struktur pori yang lebih kompleks berdasarkan pengaruh jaringan. Karakteristik loop H2(a) dapat dikaitkan dengan pemblokiran/penyumbatan di kisaran leher pori yang sempit sedangkan loop H2(b) juga dikaitkan dengan penyumbatan pori tetapi distribusi ukuran pori pada bagian leher jauh lebih besar dibanding H2(a). Ada dua ciri khas dari loop tipe 3, (i) cabang adsorpsi menyerupai isotherm tipe II dan (ii) cabang desorpsi memiliki batasan rendah terletak di P/P^0 yang diinduksi kavitas. Loop H4 memiliki tipe adsorpsi yang merupakan gabungan tipe I dan II yaitu serapan pada P/P^0 rendah yang dikaitkan dengan jenis mikropori. Loop H5 merupakan loop tidak biasa yang memiliki bentuk khas terkait dengan stuktur pori tertentu mengandung mesopori terbuka dan sebagian tersumbat (Thommes *et al.*, 2015).

Penentuan *pore size distribution* (PSD) merupakan langkah penting untuk mengkonfirmasi ukuran pori yang dimiliki sampel. PSD dapat ditentukan berdasarkan data isotherm BET menggunakan metode *Non-Local Density Functional Theory* (NLDFT) (Kupgan *et al.*, 2017). NLDFT merupakan simulasi komputer yang telah dikembangkan sebagai metode evaluasi distribusi ukuran material berpori. Metode NLDFT dapat menganalisis distribusi ukuran mikropori ke mesopori dengan akurat dibandingkan metode analisis ukuran pori lainnya. Keistimewaan metode NLDFT yaitu dapat menggambarkan perubahan densitas secara bertahap dari adsorbat di dekat dinding pori, yang artinya penyerapan gas setiap pori akan terlihat. Satu set data isotherm BET dihitung untuk satu set ukuran pori dalam kisaran pori tertentu (Schlumberger *and* Thommes, 2021).

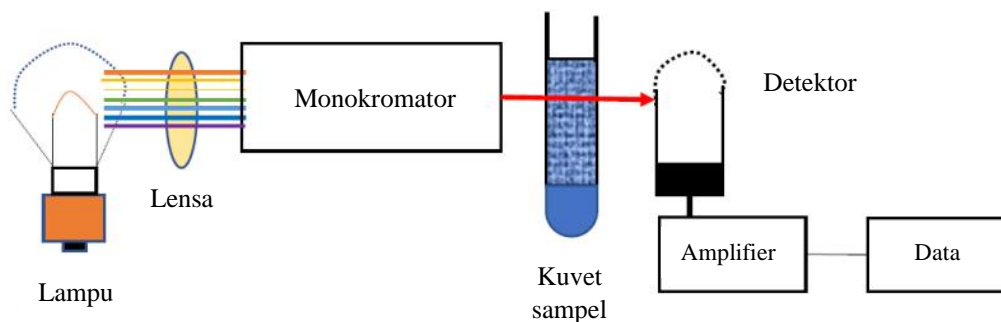
2.17.6 Spektrofotometri UV-Vis

Analisis senyawa organik meliputi identifikasi gugus fungsi dan penentuan kuantitatif, untuk misalnya, hidrokarbon, pelarut organik, bahan heterosiklik, zat aktif permukaan, bahan kimia industri (seperti insektisida, fungisida, atau obat-batan), polimer, dan resin. Analisis semacam ini dianggap semakin penting mengingat meluasnya penggunaan senyawa organik di bidang farmasi, klinis, industri, dan pertanian. Analisis organik melibatkan penentuan langsung atau

tidak langsung, memanfaatkan strategi yang berbeda seperti berbagai jenis deteksi, prosedur preparasi sampel, dan pendekatan matematis.

Spektroskopi ultraviolet-tampak (UV-Vis) adalah teknik yang paling umum diterapkan untuk pengukuran kuantitatif larutan, khususnya untuk menentukan konsentrasi zat terlarut yang diketahui. Beberapa keuntungan utama dari spektroskopi UV-Vis adalah kemudahannya yang relatif, efektivitas biaya, dan kecepatan pengambilan sampel. Oleh karena itu, ini bisa menjadi titik awal yang baik untuk pekerjaan pembuktian konsep atau untuk memandu eksperimen awal

Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis yaitu sinar polikromatis dari sumber sinar melewati monokromator menghasilkan sinar monokromatis, kemudian sinar tersebut dilewatkan melalui kuvet yang berisi larutan sampel sehingga menghasilkan sinar yang ditransmisikan dan diterima oleh detektor untuk diubah menjadi energi listrik yang kekuatannya dapat diamati oleh alat pembaca (Jannah, 2014) seperti ditunjukkan pada Gambar 22.



Gambar 22. Prinsip spektrofotometer UV-Vis (Rahman *et al.*, 2020).

Ada beberapa unsur terpenting dalam spektrofotometer yaitu, sumber lampu menggunakan lampu deuterium untuk daerah ultraviolet pada panjang gelombang dari 190-350 nm dan lampu halogen kuarsa atau lampu tungsten digunakan untuk daerah visibel pada panjang gelombang antara 350-900 nm, kemudian monokromator digunakan untuk memperoleh dan mengarahkan sinar monokromatis dari hasil penguraian dimana alat ini berupa prisma maupun grating, lalu kuvet digunakan sebagai wadah untuk menaruh cairan sampel yang akan dilewati berkas cahaya spektrofotometer, selanjutnya detektor berfungsi

untuk memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang, adapun suatu amplifier (penguat) yang membuat energi listrik itu dapat dibaca oleh sistem pembacaan (Hasanuddin, 2015).

Molekul yang mengandung elektron π atau elektron *non-bonding* (n-elektron) dapat menyerap ultraviolet atau energi cahaya tampak dan tertarik untuk ke anti-ikatan yang lebih tinggi dalam orbital molekul. Spektroskopi UV-Vis berbeda dari spektroskopi IR dalam panjang gelombang eksitasi dan molekul itu mengalami transisi elektronik di daerah ultraviolet atau terlihat, sedangkan mereka mengalami transisi vibrasi di wilayah IR. Umumnya, spektroskopi UV-Vis digunakan untuk menentukan elemen konsentrasi secara kuantitatif dalam larutan menurut hukum Beer-Lambert pada Persamaan 5.

$$A = \text{Log}_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) = \epsilon c L \quad (5)$$

di mana, A adalah absorbansi terukur, I_0 adalah intensitas cahaya datang pada panjang gelombang tertentu, I adalah intensitas yang ditransmisikan, L adalah panjang lintasan yang melalui sampel, c adalah konsentrasi spesies penyerap, dan ϵ adalah konstanta dikenal sebagai absorptivitas molar atau koefisien kepunahan untuk setiap spesies dan panjang gelombang. (Wang *and* Chu, 2013).

Refleksi sinar polikromatis tidak dapat terjadi jika sampel yang dianalisis merupakan larutan bening. Hal ini karena molekul dalam larutan tidak mengandung senyawa kompleks yang memiliki π elektron, *electron nonbonding* dan *electron antibonding* yang menunjukkan terbentuknya kompleks berwarna. Senyawa organik umumnya, memiliki π elektron, *electron nonbonding* dan *electron antibonding*, namun beberapa senyawa tidak memilikinya sehingga senyawa tersebut perlu direaksikan dengan suatu molekul yang dapat membentuk kompleks berwarna.

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari 2023 sampai Mei 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi katalis menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang, *Spectrophotometer Fourier Transform InfraRed* (FTIR) dilakukan di UPT-LTSIT FMIPA Universitas Lampung, *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di UPT-LTSIT FMIPA Universitas Lampung, *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) dilakukan di *Integrated Laboratory and Research Center* Universitas Indonesia (ILRC UI). *Freeze dry* selulosa dilakukan di Laboratorium Nano Bio, Institut Teknologi Bandung (ITB). Karakterisasi hasil produk hidrolisis Spektrofotometer UV-Vis dilakukan di Lab. Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam prosedur penelitian ini antara lain yaitu; neraca analitik, oven, wadah plastik (polipropilen), gelas kimia 1000, 100 dan 50 mL, gelas ukur 500, 100, dan 50 mL, spatula, thermometer 100°C, corong kaca, seperangkat teflon *autoclave*, loyang, *hot plate stirrer*, Erlenmeyer 1000 dan 500 mL, buret, klem, statif, tanur, spinbar, batang pengaduk, cawan penguapan, labu ukur 1000 dan 100 mL, penjepit kayu, tabung reaksi, seperangkat refluks, pipet tetes, penyaring, desikator, mortar dan alu.

Alat yang digunakan untuk karakterisasi pada penelitian ini yaitu *X-Ray Fluorescence* (XRF) PANAnalytical Epsilon 3, *Spectrophotometer Fourier Transform InfraRed* (FTIR) Agilent Cary 630 Thermoscientific Nicolet iS-10 Japan, *X-Ray Diffraction* (XRD) *X'pert Pro PAN Analytical* UK (United Kingdom) menggunakan *Bruker D8 Advance X-ray diffractionmeter* dilengkapi dengan sumber radiasi Cu-K α dan dioperasikan pada 30 mA, 40 kV, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) EVO® MA 10 pada tegangan 8,00 kV, *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) *Quantachrome instruments* US (United State) pada 77K, *freeze dry*, dan Spektrofotometer UV-Vis.

Bahan-bahan yang digunakan dalam proses ekstraksi silika antara lain ampas tebu, asam nitrat (HNO₃) 2,5 dan 10%, larutan natrium hidroksida (NaOH) 2 M, HCl 1 M, kertas saring, akuades, dan pH meter digital. Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis zeolit yaitu silika dari abu ampas tebu, natrium hidroksida (NaOH) 50% (w/w), tetrapropilamonium bromida (TPABr), pati PA kertas saring, *oil bath*, dan akuades. Bahan-bahan yang digunakan dalam reaksi hidrolisis yaitu sekam padi, NaOH 12%, NaOCl 2,5%, akuades, DNS, dan NH₄NO₃ 2 M.

3.3 Prosedur

3.3.1 Ekstraksi Silika dari Ampas Tebu

Ampas tebu yang digunakan didapat dari PT *Sugar Group Companies* Lampung. Ampas tebu yang diperoleh kemudian dilakukan proses pencucian untuk menghilangkan pengotor berupa pasir dan pembakaran terlebih dahulu untuk mendapatkan abu ampas tebu yang selanjutnya disebut sebagai *Sugarcane Bagasse Ash* (SCBA). Pencucian akan dilakukan dengan merendam 40 g ampas tebu kotor dalam 1L asam nitrat 2,5% lalu dipanaskan menggunakan *hot plate* pada suhu 80°C sampai mendidih kemudian disaring untuk dipisahkan dari filtratnya. Ampas tebu yang telah disaring, dibilas menggunakan air hingga pH netral, kemudian ampas tebu dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C dan ditanur pada suhu 600°C selama ± 5 menit untuk memperoleh SCBA.

SCBA kemudian diambil sebanyak 40 g untuk di ekstraksi dalam 1L larutan NaOH 2 M yang selanjutnya dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$ sampai mendidih (selama ± 1 jam). Campuran dibiarkan pada suhu ruang selama 24 jam untuk memaksimalkan proses pengestraksian, kemudian disaring hingga diperoleh filtrat yang berwarna kuning kecoklatan. Filtrat tersebut lalu ditambahkan larutan HNO_3 10% tetes demi tetes hingga terbentuk hidrogel pada pH 7. Hidrogel yang dihasilkan kemudian dibiarkan selama 24 jam agar pembentukan gel maksimal. Gel yang terbentuk selanjutnya dikeringkan dan dilakukan pencucian untuk menghilangkan pengotor yang terdapat dalam gel. Sebanyak 10 mL HCl 1 M ditambahkan ke dalam 0,5 g silika yang telah ditimbang sebelumnya, dan dipanaskan pada suhu 60°C selama 3 jam diikuti dengan pengadukan. Setelah itu, campuran dikeringkan dalam oven suhu 60°C dan dinetralkan menggunakan akuades hingga pH 7. Gel hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C hingga kering (Salis, 2022). Silika yang didapatkan selanjutnya dikarakterisasi dan dijadikan prekursor untuk sintesis zeolit ZSM-5.

3.3.2 Karakterisasi Silika

Silika yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF PAN Analytical Epsilon 3) untuk mengetahui komposisi senyawa yang dihasilkan, *Spectrophotometer Fourier Transform InfraRed* (FTIR Agilent Cary 630) untuk mengetahui gugus fungsi penyusun silika, dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk menentukan fasa dan tingkat kristalinitas dari silika hasil ekstraksi.

3.3.3 Sintesis Benih ZSM-5

Pada penelitian ini sintesis benih ZSM-5 dilakukan dengan metode hidrotermal menggunakan sumber silika komersil (LUDOX) dan sumber alumina $\text{Al}(\text{OH})_3$. Benih ZSM-5 disintesis dengan perbandingan molar pereaksi yaitu 1SiO_2 :

0,248Al(OH)₃: 0,229NaOH: 0,240TPABr: 30,00H₂O. Secara rinci komposisi molar dari masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 5 dan Tabel 6.

Tabel 5. Komposisi molar pereaksi benih ZSM-5

Komposisi	SiO ₂	NaOH	H ₂ O	Al ₂ O ₃	TPABr
Molar	1	0,229	30	0,248	0,240
M/W (g/mol)	60	40	18	78	266,260
ρ (g/mL)	-	-	-	-	-
W (g)	60	9,17	540	19,344	63,90

Tabel 6. Perhitungan komposisi molar pereaksi benih ZSM-5

Bahan Massa untuk 1 Autoklaf	ρ (g/mL)	Kemurnian (%)	M/W (g/mol)	Massa (g)	(g)*
SiO ₂ (LUDOX)	-	100	60,08	150,00	7,656
Al(OH) ₃	-	100	78	9,672	0,493
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	18,35	0,936
TPABr	-	100	266,26	63,902	3,262
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	9,173	-
H ₂ O ditambahkan	-	-	18	530,83	27,093

* massa yang dihitung merupakan massa untuk 1 teflon ukuran 50 mL

Tahap pertama dalam melakukan sintesis benih ZSM-5 yaitu membuat larutan A dengan cara melarutkan 0,4937 g Al(OH)₃ dan 0,936 g NaOH 50% dalam 9,031 g H₂O yang diaduk secara konstan selama 1 jam. Disamping itu, dilakukan pembuatan larutan B dengan cara melarutkan 7,656 g LUDOX dalam 9,031 g H₂O yang diaduk konstan selama 1 jam. Setelah itu, dilakukan pencampuran larutan A dan B dengan pengadukan selama 30 menit dan diperoleh larutan C. Setelah homogen, larutan C di tambahkan 3,262 g TPABr yang sebelumnya telah dilarutkan dengan 9,031 H₂O dan dilanjutkan pengadukan selama 90 menit pada suhu ruang. Selanjutnya, campuran dipindahkan ke dalam *teflon autoclave* untuk di kristalisasi secara hidrotermal pada suhu 170°C selama 120 jam. Hasil kristalisasi dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 60°C hingga kering. Produk kristal yang diperoleh secara spesifik yaitu benih ZSM-5 berupa padatan. Seperti pada penelitian Lestari (2018) sebelum digunakan benih ZSM-5 hasil

sintesis terlebih dahulu dilakukan kalsinasi dengan cara dipanaskan dalam tanur pada suhu 550 °C selama 6 jam. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan *template* organik dan membuka pori yang terdapat dalam benih ZSM-5.

3.3.4 Sintesis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile-5*)

Pada penelitian ini dilakukan sintesis ZSM-5 dari silika SCBA menggunakan pati sebagai *green template* melalui metode hidrotermal dan silika SCBA tanpa pati sebagai kontrol.

ZSM-5 pati disintesis dengan perbandingan molar pereaksi 1 SiO₂: 0,067Al₂O₃: 0,250 NaOH: 30 H₂O (Salis, 2022). Secara rinci komposisi molar dari masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 7 dan Tabel 8.

Tabel 7. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5

Komposisi	SiO₂	NaOH	H₂O	Al₂O₃
Molar	1	0,250	30	0,067
M/W (g/mol)	60	40	18	102
ρ (g/mL)	-	-	-	-
W (g)	60	9,170	540	6,803

Tabel 8. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5

Bahan Massa untuk 1 Autoklaf	ρ (g/mL)	Kemurnia n (%)	M/W (g/mol)	Massa (g)	(g)*
SiO ₂ (dari SCBA)	-	80	60	115,07	3,875
Al ₂ O ₃ (dari SCBA)	-	18	102	18,35	1,153
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	63,90	0
TPABr	-	100	266,26	9,17	-
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	530,83	30,54
H ₂ O ditambahkan	-	-	18		

* *massa yang dihitung merupakan massa untuk 1 teflon ukuran 50 mL*

Dalam melakukan sintesis ZSM-5 pati, sebanyak 1,153 g NaOH 50% dimasukkan ke dalam botol polipropilen dan ditambahkan 3,875 g silika SCBA yang telah dilarutkan terlebih dahulu dengan H₂O hasil pengukuran. Silika SCBA yang telah larut dimasukkan ke dalam botol polipropilen yang berisi NaOH 50%, dilakukan

pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu 80°C. Setelah itu, gel yang terbentuk ditambahkan benih ZSM-5 sebanyak 15% dari berat silika SCBA yang digunakan, kemudian dilanjutkan pengadukan selama 1 jam pada suhu 80°C. Gel didinginkan hingga suhu ruang untuk dilakukan penambahan pati sebanyak 10% dari silika SCBA yang digunakan. Selanjutnya, campuran dihomogenkan dibawah pengadukan selama 24 jam pada suhu ruang. Gel yang dihasilkan dipindahkan ke dalam *Teflon-autoclave* untuk selanjutnya disintesis secara hidrotermal pada suhu 180°C selama 144 jam.

Produk yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga bersih. Produk dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C selama 2 jam. Sebelum digunakan sebagai katalis, produk yang berupa padatan di kalsinasi terlebih dahulu pada suhu 550°C selama 5 jam.

Prosedur yang sama dilakukan untuk mensintesis ZSM-5 tanpa pati, yang mana setelah semua prekursor dihomogenkan dan ditambah benih ZSM-5 sebanyak 15% gel dipindahkan ke dalam *Teflon-autoclave* untuk disintesis secara hidrotermal pada suhu 180°C selama 144 jam. Produk yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga bersih. Produk dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C selama 2 jam. Sebelum digunakan sebagai katalis, produk yang berupa padatan berwarna putih dikalsinasi terlebih dahulu pada suhu 550°C selama 5 jam.

3.3.5 Karakterisasi Zeolit Hasil Sintesis

Zeolit hasil sintesis yaitu ZSM-5 pati dan tanpa pati dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengkonfirmasi fasa dan kristalinitas kristal zeolit yang dihasilkan, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat morfologi dan topologi kristal zeolit, *Brunaur Emmett and Teller* (BET) untuk menentukan ukuran pori dan luas permukaan kristal zeolit, serta *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk melihat kandungan ZSM-5 dan menghitung rasio Si/Al ZSM-5.

3.3.6 Persiapan H-ZSM-5

Sebelum dilakukan uji katalitik zeolit, dilakukan proses pertukaran ion (*ion exchange*) menggunakan NH_4NO_3 2 M untuk mengaktifkan situs asam lewis dan Brönsted-Lowry pada ZSM-5. Masing-masing ZSM-5 pati dan tanpa pati ditimbang sebanyak 2 g kemudian dicampur dengan 20 mL larutan NH_4NO_3 2 M sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 48 jam dengan setiap 24 jam dilakukan penggantian larutan NH_4NO_3 2 M. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades selanjutnya dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80°C selama 24 jam lalu dikalsinasi dengan suhu 550°C selama 6 jam. Hasil *ion exchange* ZSM-5 selanjutnya disebut H-ZSM-5 pati dan H-ZSM-5 tanpa pati.

3.3.7 Uji Aktivitas H-ZSM-5

3.3.7.1 Preparasi Selulosa dari Sekam Padi

Sebelum dilakukan hidrolisis menjadi glukosa, sekam padi yang di peroleh dari petani padi di daerah Sukarame, Bandarlampung dilakukan beberapa tahapan seperti yang telah dilakukan Yunus *et al.*, 2019 dan Hafid *et al.*, 2021.

a. Persiapan sampel

800 g sekam padi dicuci dan kemudian dijemur di bawah sinar matahari. Selanjutnya sekam padi digiling menggunakan *hammer mill* untuk mendapatkan ukuran sekam padi yang lebih kecil. Setelah itu, sekam padi diayak dengan saringan dengan ukuran tertentu 80 mesh untuk mendapatkan serbuk sekam padi yang lebih halus.

b. Delignifikasi

Sebanyak 10 g sekam padi bubuk dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dan kemudian ditambahkan NaOH 12% sebanyak 100 mL. Campuran tersebut kemudian dipanaskan pada 80°C selama 3 jam, dan diaduk dengan pengaduk magnet. Selanjutnya, campuran itu disaring, dan endapan dicuci dengan air suling sampai pH netral.

c. Bleaching

Residu delignifikasi dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL, ditambah 100 mL larutan NaOCl 2,5%, dipanaskan pada suhu 80 °C dan diaduk selama 1 jam.

Endapan yang diperoleh disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral.

Endapan dibiarkan selama 1 jam, dilakukan pengeringan menggunakan *freeze drying*. Produk yang diperoleh berupa serbuk merupakan selulosa.

d. Karakterisasi Selulosa

Selulosa yang diperoleh dari hasil ekstraksi dilakukan karakterisasi menggunakan XRD untuk melihat fasa selulosa yang diperoleh.

3.3.7.2 Hidrolisis Selulosa

Hasil sintesis katalis H-ZSM-5 pati dan tanpa pati diuji aktivitas katalitik pada reaksi hidrolisis selulosa dengan mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Intaramas *et al* (2018) menggunakan metode *mix-milling*. Katalis H-ZSM-5 hasil sintesis masing-masing dicampurkan dengan 30 mg tepung selulosa sekam padi yang telah diperoleh. Campuran ditumbuk dengan metode *mix-milling* seperti yang telah dilakukan Intaramas *et al* (2018) menggunakan mortar dan alu selama 24 jam. Selanjutnya, ke dalam Teflon-autoklaf berukuran 50 mL ditambahkan 5 mL akuades yang diikuti dengan penambahan hasil campuran yang telah ditumbuk dan dimasukkan ke dalam oven.

Hasil reaksi hidrolisis menghasilkan filtrat yang diuji dengan metode DNS untuk menentukan kadar gula pereduksi dalam sampel. Sebanyak 1 mL sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2 mL akuades dan 1 reagen DNS, dihomogenkan. Tabung reaksi ditutup dengan alumunium foil dan dipanaskan dalam *waterbath* selama 10 menit. Sampel kemudian didinginkan hingga suhu ruang. Sampel dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan absorbansi pada Panjang gelombang 540 nm. Pembuatan kurva standar glukosa dilakukan dengan perlakuan serupa tanpa penambahan akuades. Kadar gula dalam sampel dihitung menggunakan persamaan garis yang didapatkan dari kurva standar, yaitu $y = a + bx$, dimana y merupakan absorbansi

sampel (nm), x adalah konsentrasi sampel (mg/L), a merupakan intersep dan b adalah *slope*.

Reaksi hidrolisis dilakukan selama beberapa waktu yang ditentukan, kemudian setelah proses hidrolisis selesai, larutan tersebut didinginkan dan dipisahkan dari endapannya menggunakan kertas saring. Filtrat yang didapat kemudian digunakan untuk analisis gula pereduksi. Suhu hidrolisis optimum, waktu hidrolisis optimum yang dibutuhkan dan jumlah katalis yang digunakan divariasikan untuk memperoleh kondisi optimum sebagai berikut.

a. Optimasi Suhu Reaksi Hidrolisis

Pengujian aktivitas katalitik zeolit H-ZSM-5 pati dan tanpa pati pada reaksi hidrolisis selulosa sekam padi menjadi glukosa. Metode reaksi ini menggunakan metode pada penelitian Intaramas *et al* (2018). Variasi suhu yang digunakan yaitu 120°C, 130°C, 140°C, 150°C, dan 160°C. Filtrat yang diperoleh pada setiap variasi dilakukan analisis spektrofotometer UV-Vis untuk memperoleh kondisi optimum. Selanjutnya, kondisi suhu optimum yang diperoleh digunakan untuk penentuan waktu optimum.

b. Optimasi Waktu Reaksi Hidrolisis

Dalam reaksi, waktu merupakan salah satu faktor penting menentukan laju reaksi hidrolisis. Pengujian aktivitas katalitik kedua H-ZSM-5 dilakukan dengan variasi waktu yang digunakan yaitu 1, 2, 3, 4, dan 5 jam sesuai yang dilakukan oleh Intaramas *et al* (2018). Filtrat yang diperoleh pada setiap variasi dilakukan analisis spektrofotometer UV-Vis. Kondisi optimum yang diperoleh dari waktu reaksi selanjutnya digunakan untuk menentukan jumlah katalis optimum.

c. Optimasi Rasio Katalis: Selulosa

Rasio katalis: selulosa dilakukan untuk menentukan kemampuan dalam meningkatkan konversi selulosa menjadi glukosa. Rasio katalis H-ZSM-5 pati: selulosa yang digunakan berdasarkan penelitian Intaramas *et al* (2018) ialah 1:1; 1:2; 1:3; 1:4; 1:5. Filtrat yang diperoleh pada setiap variasi dilakukan analisis spektrofotometer UV-Vis untuk memperoleh kondisi optimum.

3.3.8 Analisis Gula Pereduksi

Kondisi optimum yang diperoleh dari setiap variasi digunakan untuk menguji kemampuan ZSM-5 sebagai katalis dalam reaksi hidrolisis. Penggunaan ZSM-5 dengan dan tanpa penambahan pati dilakukan untuk membandingkan aktivitas katalitik yang dipengaruhi adanya pori hierarki. Selain itu, dilakukan uji tanpa katalis sebagai kontrol.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Silika SCBA (*sugarcane bagasse ash*) berhasil diekstraksi dengan rendemen sebesar 2,08%, memiliki rasio Si/Al sebesar 36,95 yang didominasi fasa amorf serta memiliki gugus fungsi khas silanol dan siloksan berdasarkan spektrum FTIR.
2. H-ZSM-5 dengan dan tanpa *green template* berhasil disintesis ditandai dengan kesesuaian difraktogram ZSM-5 MFI standar, memiliki tingkat kristalinitas yang baik yaitu 76,33% dan 79,25%, serta ukuran kristal rata sebesar 54,67 nm dan 58,57 nm, masing-masing.
3. Morfologi ZSM-5 dengan dan tanpa *green template* menunjukkan perbedaan bentuk yang dipengaruhi penggunaan pati menyebabkan zeolit berbentuk partikel kecil berupa agregat yang relatif seragam dan bentuk *bulky*, masing-masing.
4. ZSM-5 dengan *green template* terkonfirmasi memiliki pori hierarki dengan luas permukaan 94,5 m²/g; volume 0,059 cc/g dengan *pore size distribution* (PSD) sebesar 2,31 nm.
5. Kondisi optimum yang diperoleh pada reaksi hidrolisis selulosa menggunakan katalis H-ZSM-5 dengan *green template* yaitu pada suhu 140°C selama 2 jam dengan perbandingan katalis/selulosa 1:4.
6. H-ZSM-5 dengan *green template* memiliki aktivitas katalitik lebih baik dibanding H-ZSM-5 tanpa *green template* dengan perolehan persen konversi sebesar 69,2% dan 42,42%, masing-masing.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dengan hasil yang diperoleh, disarankan untuk memperkecil rentang variasi waktu yang digunakan pada reaksi hidrolisis dan peningkatan jumlah variasi yang dilakukan agar pengamatan terhadap persen konversi yang diperoleh lebih maksimum. Selain itu, perlu diperhatikan penggunaan konsentrasi NaOH dalam tahap sintesis agar tidak menghasilkan proses yang dapat mempengaruhi penggunaan *green template* dalam pembentukan kerangka mesopori.

DAFTAR PUSTAKA

- Affandi, S., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A. and Balgis, R. 2009. A Facile Method for Production of High-Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash. *Advanced Powder Technology*. 20(5): 468-72.
- Ahvenainen, P., Kontro, I. and Svedstrom, K. 2016. Comparison Crystallinity Determination Methods by X-Ray Diffraction for Challenging Cellulose Materials. *Original Paper*. 61(5): 1-13.
- Aisyah, J.S. 2015. Ekstraksi Silika dari Ampas Tebu sebagai Prekursor dalam Sintesis Zeolit Analsim. [*Tesis*]. Institut Teknologi Bandung, Bandung. Hal 36-40.
- Atta, A.Y., Jibril, B.Y., Aderemi, B.O. and Adefila, S.S. 2012. Preparation Analsim from Local Kaolin and Rice Husk Ash. *Applied Clay Science*. 61: 8-13.
- Azat, S., Korobeinyk, A.V., Moustakas, K. and Inglezakis, V.J., 2019. Sustainable Production of Pure Silica from Rice Husk Waste in Kazakhstan. *Journal of Cleaner Production*. 217: 352-359.
- Barman, D. N., Haque, A., Hossain, M., Paul, S. K. and Yun, H. D. 2020. Deconstruction of Pine Wood (*Pinus sylvestris*) Recalcitrant Structure Using Alkali Treatment for Enhancing Enzymatic Saccharification Evaluated by Congo Red. *Waste and Biomass Valorization*. 11: 1755-1764.
- Bohrstrom, Z., Harelind, H., Gevert, B., Andersson, S. and Holmberg. 2014. Comparison of Microporous/Mesoporous and Microporous HZSM-5 as Catalysts for Friedel–Crafts Alkylation of Toluene with Ethene. *Royal Society of Chemistry*. 4: 28786.
- Bu, L., Nimlos, M. R., Robichaud, D. J. and Kim, S. 2018. Diffusion of Aromatic Hydrocarbons in Hierarchical Mesoporous H-ZSM-5 Zeolite. *Catalyst Today*. 312: 7381.
- Cai, H., Li, C., Wang, A., Xu, G. and Zhang T. 2012. Zeolite-promoted Hydrolysis of Cellulose in Ion Liquid, Insight into The Mutual Behavior of Zeolite Cellulose and Ionic Liquid. *Applied Catalysis B: Environmental*. 123-124: 333-338.

- Candra, A., Miryanti, Y.I.P.A., Widjaja, L.B. dan Pramudita, A. 2012. Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi. [*Tesis*]. Universitas Katolik. Prahayangan.
- Channoy, C., Maneewan, S., Punlek, C. and Chirarattananon, S. 2018. Preparation and Characterization of Silica Gel from Bagasse Ash. *Advanced Materials Research*. 1145: 44-48.
- Chen, L., Xue, T., Wu, H. and Wu, P. 2018. Hierarchical ZSM-5 Nanocrystal Aggregates: Seedinduced Green Synthesis and Its Application in Alkylation of Phenol with Tert-Butanol. *RSC Advances*. 8: 2751-2758.
- Che, Q., Yang, M., Wang, X., Yang, Q., Chen, Y., Chen, X., Chen, W., Hu, J., Zeng, K., Yang, H. and Chen, H. 2019. Preparation of Mesoporous ZSM-5 Catalysts using Green Templates and Their Performance in Biomass Catalytic Pyrolysis. *Bioresource Technology*. 289: 121729.
- Cherrie, J. 2020. Respirable Crystalline Silica.
<https://oshwiki.eu/wiki/RespirableCrystallineSilica#Introduction>
[Diakses pada 2 Agustus 2022].
- Chindaprasirt, P. and Rattanasak, U. 2020. Eco-Production of Silica from Sugarcane Bagasse Ash for Use as A Photochromic Pigment Filler. *Scientific Reports*. 10(1): 1-8.
- Chithravel, V., Park, H., Kim, J., Lee, S. and Ryoo, R. 2019. Facile Synthesis of Mesoporous Zeolite Y using Seed Gel and Amphiphilic Organosilane. *Microporous and Mesoporous Materials*. 288: 109579.
- Chorkendorff, I. and Niemantsverdriet, J. W. 2003. *Concepts of Modern Catalysis and Kinetics*. WILEY-VCH Verlag GmbH and Co. Cordoba.
- Choudhary, O. P. and Priyanka. 2017. Scanning Electron Microscope: Advantages and Disadvantages in Imaging Components. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*. 6(5): 1877-1882.
- Dao-ke, Y. Mei-li, F. Ya-hui, Y. Yi-bing, S. Jia-yang, C. and Yi-wen, F. 2016. One-step Synthesis of Hierarchical-structured ZSM-5 Zeolite. *Journal of Fuel Chemistry and Technology*. 44(11): 1363-1369.
- Dyamenahalli, K., Famili, A. and Shandar, R. 2015. *Shape memory Polymers for Biomedical Applications: Chapter 3 Characterization of shape-memory*. Elsevier. USA,
- Farirai, F., Mupa, M. and Daramola, M. 2020. An Improved Method for The Production of High Purity Silica from Sugarcane Bagasse Ash Obtained from a Bioethanol Plant Boiler. *Particulate Science and Technology*. 39(2): 252-259.

- Fengel, D and Wegener G. 1995. Kayu: Kimia, Ultrastructure, Reactions. Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions. *Gadjah Mada University Press*. Yogyakarta.
- Gupta, H., Kumar, H., Kumar, M., Gehlaut, A. K., Gaur, A., Schan, S. and Park, J. 2020. Synthesis Of Biodegradable Films Obtained from Rice Husk and Sugarcane Bagasse to Be Used as Food Packaging Material. *Environmental Engineering Research*. 25(4): 506-514.
- Hafid , H. S., Omar, F. N., Zhu, J. and Wakisaka, M. 2021. Enhanced Crystallinity and Thermal Properties of Cellulose from Rice Husk using Acid Hydrolysis Treatment. *Carbohydrate Polymers*. 260: 117789.
- Hasanah, N. dan Saskiawan, I. 2015. Aktivitas Selulase Isolat Jamur dari Limbah Media Tanam Jamur Merang. *Prosedium Seminar Masyarakat Biodiv Indonesia*. Surakarta.
- Hasanuddin. 2015. *Analisa Kadar Likopen pada Tomat dengan Menggunakan Spektrofotometer Visible*. Fakultas Teknik Universitas Diponegoro. Semarang.
- Hernández, M. M. and Villagrán, D. 2019. *Composite Nanoadsorbents*. Elsevier Inc. Amsterdam.
- He, Y., Tang, S., Yin, S. and Li, S. 2021. Research Progress on Green Synthesis of Various High-Purity Zeolites from Natural Material-Kaolin. *Journal of Cleaner Production*. 306: 127248.
- Hou, Z., Mi, X., Li, X. and Liu, H. 2021. Seed-Assisted Synthesis of ZSM-5 Aggregates Assembled from Regularly Stacked Nanosheets and Their Performance in n-Hexane Aromatization. *Industrial and Engineering Chemistry Research*. 60: 121000-12108.
- Huang, Y. and Fu, Y. 2013. Hydrolysis of Cellulose to Glucose by Solid Acid Catalysts. *Green Chemistry*. 15: 1095-1111.
- Intaramas, K., Jonglertjanya, W., Laosiripojan , N. and Sakdaronnarong. 2018. Selective Conversion of Cassava Mash to Glucose using Solid Acid Catalysts by Sequential Solid State Mixed-Milling Reaction and Thermo-Hydrolysis. *Energy*. 149: 837-847.
- Irawati, R. 2016. Karakterisasi pH, Suhu dan Konsentrasi Substrat Pada Enzim Selulase Kasar Yang Diproduksi oleh *Bacillus Circulans*. *Skripsi*. Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Iyoki, K., Itabashi, K. and Okubo, T. 2014. Progress In Seed-Assisted Synthesis of Zeolites Without using Organic Structure-Directing Agents. *Microporous Mesoporous Materials*. 189: 22-30.

- Jamaluddin, N., Kanno, T., Asoh, T. and Uyama, H. 2019. Surface Modification of Cellulose Nanofiber using Acid Anhydride for Poly (Lactic Acid) Reinforcement. *Materials Today Communications*. 21: 100587.
- Jannah, M. N. 2014. Perbandingan Aktivitas Antioksidan dan Kadar Flavonoid Total pada Bonggol serta Daun Brokoli (*Brassica oleracea L. cv. groups Broccoli*). *Skripsi*. Universitas Islam Bandung. Bandung
- Javdani, A., Ahmadpour, J. and Yaripour, F. 2019. Microporous and Mesoporous Materials Nano-Sized ZSM-5 Zeolite Synthesized Via Seeding Technique for Methanol Conversions: A Review. *Microporous and Mesoporous Materials*. 284: 443-458.
- Jha, B. and Singh, D. 2011. A Review on Synthesis, Characterization and Industrial Applications of Fly Ash Zeolites. *Journal Materials Education*. 33: 65-132.
- Jing, X., Mi, H., Peng, J., Peng X. and Turng. 2015. Electrospun aligned Poly(Propylene Carbonate) Microfibers with Chitosan Nanofibers as Tissue Engineering Scaffolds. *Carbohydrate Polymers*. 117: 941-949.
- Johar, N., Ahmad, I. and Dufresne, A. 2012. Extraction, Preparation and Characterization of Cellulose Fibres and Nanocrystals from Rice Husk. *Industrial Crops and Products*. 37: 93-99.
- Jonoobi, M., Harun, J., Mathew, A.P., Hussein, M.Z. and Oksman, K. 2010. Preparation of Cellulose Nanofibers with Hydrophobic Surface Characteristic. *Cellulose*. 17: 299-307.
- Ju, Z. Zhang, Y Zhao, T Xiao, W. and Yao, X. 2019. Mechanisme of Glucose-Fructose Isomerization over Aluminum-Based Catalysts in Methanol Media. *ACS Sustainable Chemistry Engineering*. 7: 14962-14972.
- Juzsakova, T., Csavdari, A., Rédey, A., Fráter, T., Dióssy, L., Popita, G., Ráduly, L. and Lauer, J. 2014. Study on The Alkylation Mchanism of Isobutane with 1-Butane using Environmental Friendly Catalysts. *Environmental Engineering and Management Journal*. 13 (9): 2343-2347.
- Kadja, G. T. M., Rilyanti, M. Mukti, R. R. Marsih, N. I. dan Ismunandar. 2013. Strategi Sintesis Zeolit Hirarkis : Kajian Metode Cetak Lunak dan Cetak Keras. *Jurnal Matematika dan Sains*. 18(3): 103-114.
- Kalita, E., Nath, B. K. Deb, P., Agan, F. Islam, M. R. and Saikia, K. 2015. High Quality Fluorescent Cellulose Nanofibers from Endemic Rice Husk: Isolation and Characterization. *Carbohydrate Polymers*, 122: 308-313.
- Kang, N. Y. Woo, S. I. Lee, Y. J. Bae, J. Choi, W. C. and Park, Y. 2016. Enhanced Hydrothermal Stability of ZSM-5 Formed from Nanocrystalline Seeds for Naphtha Catalytic Cracking. *Journal of Materials Science*. 51: 3735-3749.

- Kang, S., Fu, J. dan Zhang, G. 2018. From Lignocellulosic Biomass to Levulinic Acid: A Review on Acid-Catalyzed Hydrolysis. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 94(3): 340-362.
- Kassab, Z., Abdellaoui, Y., Salim, M. H., Bouhfid, R., Qaiss, A. El. K. Q. and Achaby, M. E. 2020. Micro- and Nano-Celluloses Derived from Hemp Stalks and Their Effect as Polymer Reinforcing Materials. *Carbohydrate Polymers*. 245: 116506.
- Kertens, D., Smeyers, B., Waeyenberg, J. V., Zhang, Q., Yu, J. and Sels, B. F. 2020. State of the Art and Perspectives of Hierarchical Zeolites: Practical Overview of Synthesis Methods and Use in Catalysis. *Advanced Materials*. 32(44).
- Khawas, P. and Deka, S. C. 2016. Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers from Culinary Banana Peel using High-Intensity Ultrasonication Combined with Chemical Treatment. *Carbohydrate Polymers* 137: 608-616.
- Kobayashi, H., Mizuho, Y. Tasuku, K., Kenji, H., Ichiro, F. dan Atsushi F. 2013. High-Yielding One-Pot Synthesis of Glucose from Cellulose Simple Activated Carbons and Trace Hydrochloric Acid. *ACS Catalysis*. 3:581-587.
- Koike, N., Iyoki, K., Wang, B., Yanaba, Y., Elangovan, S.P., Itabashi, K., Chaikittisilp, W. and Okubo, T. 2018. Increasing The Ion-Exchange Capacity of MFI Zeolites by Introducing Zn to The Aluminosilicate Frameworks. *Dalton Trans*. 47: 9546-9553.
- Kristianingrum, S., Siswani, E. D. and Fillaeli, A. 2011. Pengaruh Jenis Asam pada Sintesis Silika Gel dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifnya terhadap Ion Logam Tembaga (II). *Prosiding Seminar Nasional Kimia FMIPA UNY*. Yogyakarta.
- Król, M. 2020. Natural vs. Synthetic zeolites. *Crystals*. 10 (7): 1-8.
- Kulprathipanja, S. 2010. *Zeolites in Industrial Separation and Catalysis*. Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA. Weinheim.
- Lemigas. 2022. Analisis X-ray Fluorescence (XRF). <https://www.lemigas.esdm.go.id/web/site/berita-detail/id/analisis-x-ray-fluorescence-xrf>. [Diakses pada 29 Desember 2022].
- Lestari, D. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. Jurusan Kimia FMIPA UNY*. Yogyakarta
- Liu, H. Shen, T., Li, T., Yuan P., Shi., G., and Bao, X. 2013. Green Synthesis of Zeolites from A Natural Aluminosilicate Mineral Rectorite: Effects of Thermal Treatment Temperature. *Applied Clay Science*. 90: 53-60.

- Liu, Q., Yoshida, Y., Nakazawa, N., Inagaki, S. and Kubota, Y. 2020. The Synthesis of YNU-5 Zeolite and Its Application to the Catalysis in the Dimethyl Ether-to-Olefin Reaction. *Materials*. 13(9): 2020.
- Liu, Y., Ding, G., Wang, H., Li, X., Zhang, J., Zhu, Y., Yang, Y. and Li, Y. 2021. Highly Selective Glucose Isomerization by HY Zeolite in Gamma-Butyrolactone/H₂O System Over Fixed Bed Reactor. *Catalysis Communications*. 156: 106324.
- Liu, Y., Luo, Q., Lu, H. and Wang, Z. 2019. The Influencing Factors of Hydrothermal Synthesis of ZSM-5 Zeolite and Its Adsorption of Phenol, Quinoline and Indole. *Materials Research Express*. 6: 115540.
- Li, W., Liu, J. and Zhao, D. 2016. Mesoporous Materials for Energy Conversion and Storage Devices. *Natural Reviews Material*. 1(6): 1-17.
- Lunt, A. J. G., Chater, P. and Korsunsky, A. M. 2018. On The Origin of Strain Inhomogeneity in Amorphous Materials. *Scientific Reports*. 8: 1574.
- Maghfirah, A., Ilmi, M. M., Fajar, A. T. N. and Kadja, G. T. M. 2020. A Review on the Green Synthesis of Hierarchically Porous Zeolite. *Materials Today Chemistry*. 17: 100-348.
- Malviya, R., Bansal, V., Pal, O. P. and Sharma, P. 2009. High Performance Liquid Chromatography: A Short Review. *Journal of Global Pharma Technology*. 2(5): 22-26.
- Ma, T., Zhang, L., Song, Y., Shang, Y., Zhai, Y. and Gong, Y. 2019. A Comparative Synthesis of ZSM-5 with Ethanol or TPABr Template: Distinction of Brønsted/Lewis Acidity Ratio and Its Impact On: N -Hexane Cracking. *Catalysis Science and Technology*. 8(7): 1923-1935.
- Malucelli, L., Lacerda, L. G. and Dziedzic, M. 2017. Preparation, Properties and Future Perspectives of Nanocrystals from Agro-Industrial Residues: A Review of Recent Research. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*. 16(1): 131-145.
- Megashah, L.N. Ariffin, H., Zakaria, M.R., Hassan, M.A., Andou, Y. and Padzil, F. N. M. 2020. Modification of Cellulose Degree of Polymerization by Superheated Steam Treatment for Versatile Properties of Cellulose Nanofibril. *Cellulose*. 27: 7417-7429.
- Meng, F., Wang, Y., Wang, S., Wang, X. and Wang, S. 2017. Synthesis of ZSM-5 Aggregates by A Seed-Induced Method and Catalytic Performance In Methanol-to-Gasoline Conversion. *Comptes Rendus Chimie*. 20: 385-394.
- Moises, M. P., Sliva, C. T. P. D., Meneguim, J. G., Giroto, E. M. and Radovanoic, E. 2013. Synthesis of Zeolite NaA from Sugarcane Bagasse Ash. *Materials Letters*. 108: 243-246.

- Monshi, A., Foroughi, M. R. and Monshi, M. R. 2012. Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately nano-Crystallite Size using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*. 2: 154-160.
- Muhaimin , M., Wiyantoko , B., Putri , R. N. and Rusitasari , R. 2018. Determination of Order Reaction on Hydrolysis Reaction of Pineapple Leaf. *AIP Conference Proceedings*. Yogyakarta.
- Nada, M. H. and Larsen, S. C. 2016. Insight Into Seed-Assisted Template Free Synthesis of ZSM-5 Zeolites. *Microporous and Mesoporous Materials*. 80: 444-452.
- Nandan, D., Saxena, S. K. and Viswanandham, N. 2014. Synthesis of Hierarchical ZSM-5 using Glucose as a Templating Precursor. *Journal of Materials Chemistry A*. 2: 154-159.
- Nandiwale, K. Y., Galande, D.N., Thakur, P., Sawant, S. D., Zambre, V. P. and Bokade, V. V. 2014. One-Pot Synthesis of 5-Hydroxymethylfurfural by Cellulose Hydrolysis over Highly Active Bimodal Micro/Mesoporous H-ZSM-5 Catalyst. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*. 2: 1928-1938.
- Nasikin , M. and Susanto, B. H. 2010. *Katalis Heterogen*. Universitas Indonesia. Jakarta.
- Nasrabadi, N. B., Mehrasa, M., Refienia, M., Bonakdar, T., Behzad, T. and Gavanji, S. 2014. Porous Starch/Cellulose Nanofibers Composite Prepared by Salt Leaching Technique for Tissue Engineering. *Carbohydrate Polymers*. 108: 232-238.
- Nasrollahzadeh, M., Atarod, M., Sajjadi, M., Sajadi, S. M. and Issaabadi, Z. 2019. Plant-Mediated Green Synthesis of Nanostructures. *Interface Science and Technology*. 28: 199-322.
- Nejib, H., Rania, J. and Messaoud, M. 2011. Organic Acids, Sugars, and Anthocyanins Contents in Juices of Tunisian Pomegranate Fruits. *International Journal of Food Properties*. 14: 741-757.
- Niu, X., Bai, Y., Du, Y., Qi, H. and Chen, Y. 2022. Size Controllable Synthesis of ZSM-5 Zeolite and its Catalytic Performance in The Reaction of Methanol Conversion to Aromatics. *Royal Society Open Science*. 9(3): 211284.
- Norsuraya, S., Fazlena, H. and Norhasyimi, R. 2016. Sugarcane Bagasse as a Renewable Source of Silica to Synthesize Santa Barbara Amorphous-15 (SBA-15). *Process Engineering and Advanced Materials*. 148: 839-846.
- Octaviani, S. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit ZSM-5 Mesopori dengan Metode Desilikasi dan Studi Awal Katalis Oksida Metana. *Skripsi*. Universitas Indonesia. Jakarta.

- Ogo, S., Okuno, Y., Sekine, H., Manabe, S., Yabe, T., Onda, A. and Sekine, Y. 2017. Low-Temperature Direct Catalytic Hydrothermal Conversion of Biomass Cellulose to Light Hydrocarbons over Pt/Zeolite Catalysts. *Chemistry Select.* 2: 1-6.
- Osvaldo, Z. S., Panca, P. S. dan Faizal, M. 2012. Proses Hidrolisis dan Fermentasi Pembuatan Bioetanol dari Alang-Alang. *Jurnal Teknik Kimia.* 18(2): 1-12.
- Paredes, M. C., Linzan, I. R., Saquete, M. D., Luque, R., Osman, S. M., Botella, N. B. and Manuel, R. 2023. Silica-derived Materials from Agro-Industrial Waste Biomass: Characterization and Comparative Studies. *Environmental Research.* 231: 116002.
- Pinto, E., Aggrey, W. N., Boakye, P., Amenuvor, G., Neuyam, Y. A., Fokuo, M. K., Karimaie, H., Sarkodie, K., Adenutsi, C. D., Erzuah, S. and Rockson, M. A. D. 2022. Cellulose Processing from Biomass and Its Derivatization into Carboxymethylcellulose: A Review. *Scientific African.* 15: 01078.
- Prasetyoko, D., Ayunanda, N., Fansuri, H., Hartanto, D., and Ramli, Z. 2010. Phase Transformation of Rice Husk Ash in The Synthesis of ZSM-5 Without Organic Template. *ITB Journal of Science.* 44(3): 250-262.
- Qadri, S. B., Gorzkowski, E. P., Imam, M. A., Fliflet, A., Goswami, R., Kim, H., Caldwell, J. D., Klemm, F. and Rath, B. B. 2013. Production of Nanoscale Particles and Nanorods of SiC from Sorghum Leaves. *Industrial Crops and Products.* 51: 158-162.
- Qin, Z., Lakiss, L., Gilson, J. P., Thomas, K., Goupil, J. M., Fernandez, C. and Valtchev, V. 2013. Chemical Equilibrium Controlled Etching of MFI-Type Zeolite and its Influence on Zeolite Structure, Acidity and Catalytic Activity. *Chemistry of Material.* 25(14): 2759-2766.
- Rahman, H., Arini, S. F. and Utomo, V. 2020. Tannins Extraction of Tea Leaves by Ultrasonic Method: Comparison with The Conventional Method. *Jurnal Teknologi.* 8(1): 84-95.
- Rilyanti, M., Ella, G. S., Buhani, Kamisah, D. P. and Juliasih, N. L. G. R. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Mordenit (MOR) Berbasis Silika Abu Ampas Tebu Menggunakan Metode Solid-State Crystallization (SSC). *Analytical and Environmental Chemistry.* 8(5): 55.
- Rilyanti, M., Mukti, R. R., Kadja, G. T. M., Ogura, M., Nur, H., Ng, E. and Ismunandar. 2016. On The Drastic Reduction of Organic Structure Directing Agent in The Steam-Assisted Crystallization of Zeolite with Hierarchical Porosity. *Microporous and Mesoporous Materials.* 230: 30-38.
- Rilyanti, M., Nur, H., Ismunandar dan Mukti, R. 2016. Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki Tanpa Penambahan Templet Organik menggunakan Metoda *Steam*

- Assisted Conversion (SAC). Prosiding Seminar Nasional Kimia-Lombok.* Universitas Lombok. Mataram.
- Rinaldi, R. and Schüth, F. 2009. Acid Hydrolysis of Cellulose as the Entry Point into Biorefinery Schemes. *Chem Sus Chem.* 2: 1096-1107.
- Robyt, J. F. 2008. *Starch: Structure, Properties, Chemistry, and Enzymology.* In: *Fraser-Reid.* Springer. Heidelberg.
- Sabarish, R. and Unnikrishnan, G. 2020. A Novel Anionic Surfactant as Template for The Development of Hierarchical ZSM-5 Zeolite and Its Catalytic Performance. *Journal of Porous Materials.* 27: 691-700.
- Sabarish, R. and Unnikrishnan, G. 2019. Synthesis, Characterization and Evaluations of Micro/Mesoporous ZSM-5 Zeolite using Starch as Bio Template. *Applied Sciences.* 1(9): 2-8.
- Salis, N. 2022. Sintesis dan Karakterisasi *Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5)* Pori Hirarki Berbasis Silika Abu Ampas Tebu Menggunakan Pati Sebagai Bio-Mesoporogen. *Skripsi.* Universitas Lampung. Lampung.
- Sampath, U. G. T. M., Ching, Y. C., Chuah, C. H., Sabariah, J. J. and Lin, P. C. 2016. Fabrication of Porous Materials from Natural/Synthetic Biopolymers and Their Composites. *Materials.* 9: 991.
- Saravanamurugan, S., Paniagua, S., Melero, J. A. and Riisager, A. 2013. Efficient Isomerization of Glucose to Fructose over Zeolites in Consecutive Reactions in Alcohol and Aqueous Media.. *Journal of the American Chemical Society.* 135: 5246-5249.
- Schlumberger, C. and Thommes, M. 2021. Characterization of Hierarchically Ordered Porous Materials by Physisorption and Mercury Porosimetry—A Tutorial Review. *Advanced Materials Interfaces.* 2002181: 1-25.
- Serrano, D. P., Escola, J. M. and Pizarro, P. 2013. Synthesis Strategies in The Search for Hierarchical Zeolites. *Chem. Soc. Rev.* 42: 4004-4035.
- Setiadji, S., Wahyuni, A. S., Suhendar, D., Sundari C. D., dan Ivansyah. A. L. Pemanfaatan Rumpuk Gajah sebagai Sumber Silika untuk Sintesis Zeolit T. *al Kimiya: Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan.* e-ISSN: 2407-1927.
- Siahaan, S. 2013. Penentuan Kondisi Optimum Suhu dan Waktu Karbonisasi pada Pembuatan Arang dari Sekam Padi. *Skripsi.* Universitas Sumatera Utara. Medan
- Siro, I and Plackett, D. 2010. Microfibrillated Cellulose and New Nanocomposite Materials: A Review. *Cellulose.* 17: 459-494.
- Smallman, R. E. dan Bishop, R. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material.* Erlangga. Jakarta.

- Soltani, N., Bahrami, A., Canul, M. I. P. and Gonzalez, L. A. 2015. Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials. *Chemical Engineering Journal*. 264: 899-935.
- Song, G., Chen, W., Dang, P., Yang, S., Zhang, Y., Wang, Y., Xiao, R., Ma, R. and Li, F. 2018. Synthesis and Characterization of Hierarchical ZSM-5 Zeolites with Outstanding Mesoporosity and Excellent Catalytic Properties. *Nanoscale Research Letters*. 13: 1-13.
- Souza, A. E., Teixeira, S. R., Santos, G. T. A., Costa, F. B. and Longo, E. 2011. Reuse of Sugarcane Bagasse Ash (SCBA) to Produce Ceramic Materials. *Journal of Environmental Management*. 92: 2274-2780.
- Srivasta, R. 2018. Synthesis and Applications of Ordered and Disordered Mesoporous Zeolites: Present and Future Prospective. *Catalysis Today*. 309: 172-188.
- Sriyanti, S., Taslimah, T., Nuryono N. dan Narsit, N. 2005. Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 8(1): 1-8.
- Svidrytski, A., Rathi, A., Hlushkou, D., Ford, D., Monson, P. and Ulrich, T. 2018. Morphology of Fluids Confined in Physically Reconstructed Mesoporous Silica: Experiment and Mean Field Density Functional Theory. *Langmuir*. 34: 9936-9945.
- Stewart, D. B. and Simmons, W. B. 2018. "Silica Mineral". Encyclopedia Britannica. <https://www.britannica.com/science/silica-mineral>. [Diakses pada 11 August 2022].
- Tester, R. F., Karkalas, J. and Qi, X. 2004. Starch Composition, Fine Structure and Architecture. *Journal of Cereal Science*. 39: 151-165.
- Theng, D. T., Arbat, G., Aguilar, M. D., Vilaseca, F. and Ngo, B. 2015. All-Lignocellulosic Fiberboard from Corn Biomass and Cellulose Nanofibers. *Industrial Crops and Products*. 76: 166-173.
- Thommes, M., Kanek, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Reinoso, F. R., Rouquerol, J. and Sing, K. S. W. 2015. Physisorption of Gases, with Special Reference to The Evaluation of Surface Area and Pore Size Distribution (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem*. 87(9-10): 1051-1069.
- Thongprajukaew, K., Choodum, A., Sa-E, B. and Hayee, U. 2014. Smart phone: A Popular Device Supports Amylase Activity Assay in Fisheries Research. *Food Chemistry*. 163: 87-91.
- Varshney, V. K. and Naithani, S. 2011. Chemical Functionalization of Cellulose Derived from Nonconventional Sources. In: B. U. W. Department of

- Chemistry, ed. *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites.*: Springer. Berlin. 40-61.
- Venkatesan, C., Park, H., Kim, J., Lee, S. and Ryoo, R. 2019. Facile Synthesis of Mesoporous Zeolite Y using Seed Gel and Amphiphilic Organosilane. *Microporous and Mesoporous Materials*. 288:1387-1811.
- Walujodjati, A. 2008. Sintesis Hidrotermal Dari Serbuk Oksida Keramik. *Momentum*. 4(2): 33-37.
- Wang, J., Zhang, R., Wang, J. and Zhao, L. 2020. Seed-Assisted Synthesis and Characterization of Nano and Micron ZSM-5 Molecular Sieves in Template-Free System. *Solid State Chemistry*. 290: 121536.
- Wang, L., Yin, C., Shan, Z., Liu, S., Du, Y. and Xiao, F. S. 2009. Bread-Template Synthesis of Hierarchical Mesoporous ZSM-5 Zeolite with Hydrothermally Stable Mesoporosity. *Colloids and Surfaces. A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 340(1-3): 126-130.
- Walujodjati, A. 2008. Sintesis Hidrotermal dari Serbuk Oksida Keramik. *Momentum* 4(2). 33-37.
- Weitkamp, J. and Puppe, L. 1999. *Catalysis and Zeolites: Fundamentals and Applications*. Springer. Germany.
- Widiarto, S., Yuwono, S. D., Rochliadi, A. dan Arcana, I. M. 2016. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose from Agro-industrial Waste - Cassava Peel. *Materials Science and Engineering*. 176(1):1-7.
- Xu, W., Liang, L. and Zhu, M. 2014. Determination of Sugars in Molasses by HPLC Following Solid-Phase Extraction. *International Journal of Food Properties*. 18(3).
- Yamaguchi, D., Kitano, M., Sugauma, S., Nakajima, K., Kato, H. and Hara, H. 2009. Hydrolysis of Cellulose by a Solid Acid Catalyst under Optimal Reaction Conditions. *Journal of Physical and Chemistry C*. 113: 3181-3188.
- Yang, L., Liu, Z., Peng, W. and Liu, C. 2017. Correlation Between H-ZSM-5 Crystal Size and Catalytic Performance in The Methanol to Aromatics Reaction. *Chinese Journal of Catalysis*. 38: 638-690.
- Yaripour, F., Shariatnia, Z., Sahebdehfar, S. and Irandoukht, A. 2015. Conventional Hydrothermal Synthesis of Nanostructured H-ZSM-5 Catalysts Using Various Templates for Light Olefins Production from Methanol. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*. 22: 260-269.
- Ye, G., Sun, Y., Guo, Z., Zhu, K., Liu, H., Zhou, X. and Coppens. 2018. Effect of Zeolite Particle Size and Internal Grain Boundaries on Pt/Beta Catalyzed Isomerization of n-Pentane. *Journal of Catalysis*. 360: 152-159.

- Yiasmin, M. N. and Waleed, A. 2021. Recent Applications of HPLC In Food Analysis: A Mini Review. *International Journal of Advanced Engineering, Management and Science*. 7(5).
- Yoldi, M., Fuentes-Ordoñez, E. G., Korili, S. A. and Gill, A. 2019. Zeolite Synthesis from Industrial Wastes. *Microporous and Mesoporous Materials*. 287: 183-191.
- Yulianti, I. 2017. Sintesis ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile-5*) dari Ampas Tebu (*Bagasse*) menggunakan Metode Steam Assisted Conversion (SAC). *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Yunus, M. A., Raya, I., Maming and Tuara, Z. I. 2019. Extraction Cellulose From Rice Husk. *Indonesia Chimica Acta*. 12(2): 79-83.
- Yu, Q., Meng, X., Liu, J., Li, C. and Cui, Q. 2013. A Fast Organic Template-Free, ZSM-11 Seed-Assisted Synthesis of ZSM-5 with Good Performance in Methanol-To-Olefin. *Microporous Mesoporous Materials*. 181: 192-200.
- Zahara, Z., Krisnandi, Y. K., Wibowo, W. and Nurani, D. A. 2018. Synthesis and Characterization of Hierarchical ZSM-5 Zeolite using Various Templates as Cracking Catalyst. *AIP Conference Proceedings*. Malang.
- Zhang, C., Fan, K., Ma, G., Lei, C., Xu, W., Jiang, J., Sun, B., Zhang, H., Zhu, Y. and Wen, S. 2021. Efficient Synthesis of Mesoporous Nano ZSM-5 Zeolite Crystals without a Mesoscale Template. *Crystals*. 11: 1247.
- Zhang, M., Liu, X. and Yan, Z. 2015. Soluble Starch as In-Situ Template to Synthesize ZSM-5 Zeolite with Intracrystal Mesopores. *Materials Letters*. 164: 543-546.
- Zhao, X., Xu, J., Wang, A. and Zhang, T. 2015. Porous carbon in catalytic transformation of cellulose. *Chinese Journal of Catalysis*. 36: 1419-1427.
- Zounida, L. and Hichem, B. 2018. The Nanostructure Zeolites MFI-Type ZSM5; In Nanocrystals and Nanostructures. <https://www.intechopen.com/books/6510> [Diakses pada 15 August 2022].