

**ZEOLIT PORI HIRARKIS: HUBUNGAN ANTARA POROSITAS
TAMBAHAN PADA MORDENIT DAN ZSM-5 TERHADAP AKTIVITAS
KATALITIK REAKSI HIDROLISIS SELULOSA**

(SKRIPSI)

Oleh

M. Yusuf
NPM. 1917011004



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

ABSTRAK

ZEOLIT PORI HIRARKIS: HUBUNGAN ANTARA POROSITAS TAMBAHAN PADA MORDENIT DAN ZSM-5 TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK REAKSI HIDROLISIS SELULOSA

Oleh

M. Yusuf

Telah dilakukan sintesis zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarkis menggunakan silika komersil dengan penambahan tepung tapioka sebagai bio-mesoporogen. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa kristal zeolit terbentuk dengan kristalinitas sebesar 68% untuk MOR pori-hirarki, dan sebesar 62% untuk ZSM-5 pori-hirarki. Luas permukaan zeolit dipelajari menggunakan *Surface Area Analyser* (SAA) metode *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) dan diperoleh hasil sebesar 347.566 m²/g untuk MOR pori-hirarki, dan sebesar 236.822 m²/g untuk ZSM-5 pori-hirarki. Keberadaan porositas tambahan dan distribusi ukuran pori dalam kerangka struktur zeolit dipelajari menggunakan metode *Barret-Joyner-Halenda* (BJH), dan didapatkan zeolit pori hirarkis dengan pori tambahan berukuran mesopori sebesar 3,1 nm untuk MOR pori-hirarki, dan sebesar 2,8 nm untuk ZSM-5 pori-hirarki. Hubungan antara porositas tambahan dalam kerangka zeolit terhadap kemampuan katalitik zeolit dibuktikan melalui uji aktivitas katalitik untuk reaksi hidrolisis selulosa, dan dipelajari dengan menggunakan data absorbansi spektrofotometri ultralembayung-sinar tampak. Kondisi optimum terhadap aktivitas katalitik zeolit asam dalam penelitian ini tercapai untuk perbandingan penggunaan antara katalis:selulosa sebesar (3:5) pada suhu 140 °C, menghasilkan konversi selulosa menjadi glukosa tertinggi sebesar 70% untuk katalis H-MOR pori-hirarki, dan sebesar 67% untuk katalis H-ZSM-5 pori-hirarki.

Kata kunci: MOR, ZSM-5, tepung tapioka, aktivitas katalitik, dan glukosa.

ABSTRACT

HIERARCHICAL PORE ZEOLITES: CORRELATION BETWEEN ADDITIONAL POROSITY IN MORDENITE AND ZSM-5 ON THE CATALYTIC ACTIVITY OF THE CELLULOSE HYDROLYSIS REACTION

By

M. Yusuf

Synthesis of hierarchical pore MOR and ZSM-5 zeolites has been carried out using commercial silica with the addition of tapioca starch as a bio-mesopore. Characterization using X-Ray Diffraction (XRD) showed that zeolite crystals were formed with a crystallinity of 68% for hierarchical-pore MOR, and 62% for hierarchical-pore ZSM-5. The surface area of the zeolite was studied using the Surface Area Analyzer (SAA) within Brunauer-Emmet-Teller (BET) method and was obtained results of 347,566 m²/g for hierarchical-pore MOR, and 236,822 m²/g for hierarchical-pore ZSM-5. The existence of additional porosity and pore size distribution within the framework of the zeolite structure was studied using the Barret-Joyner-Halenda (BJH) method, and hierarchical pore zeolite was obtained with additional mesopore of 3.1 nm for hierarchical-pore MOR, and 2.8 nm for hierarchical-pore ZSM-5. Correlation between additional porosity in the zeolite framework and the catalytic activity of the zeolite was proven through catalytic activity tests for the cellulose hydrolysis reaction, and studied by using spectrophotometry ultraviolet-visible absorbance data. Optimum conditions for the catalytic activity of acid form zeolites in this study were achieved for the ratio of use between catalyst:cellulose (3:5) at temperature of 140 °C, gives results in the highest conversion of cellulose to glucose of 70% for the hierarchical-pore H-MOR catalyst, and 67% for the hierarchical-pore H-ZSM-5 catalyst.

Keyword: MOR, ZSM-5, tapioca starch, catalytic activity, and glucose.

**ZEOLIT PORI HIRARKIS: HUBUNGAN ANTARA POROSITAS
TAMBAHAN PADA MORDENIT DAN ZSM-5 TERHADAP AKTIVITAS
KATALITIK REAKSI HIDROLISIS SELULOSA**

Oleh

M.Yusuf

Skripsi

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

Pada

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

Judul Penelitian : ZEOLIT PORI HIRARKIS: HUBUNGAN ANTARA POROSITAS TAMBAHAN PADA MORDENIT DAN ZSM-5 TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK HIDROLISIS SELULOSA

Nama Mahasiswa : M. Yusuf

Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011004

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dosen Pembimbing 1,

Dosen Pembimbing 2,

Dr. Mita Rilyanti., S.Si., M.Si.
NIP. 197205302000032001

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

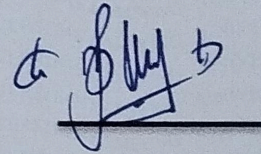
2. Ketua Jurusan Kimia
FMIPA Universitas Lampung

Mulyono., Ph.D.
NIP. 197406112000031002

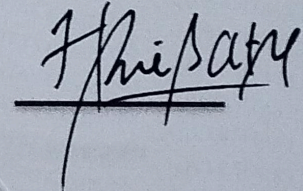
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Dr. Mita Rilyanti., S.Si., M.Si.**

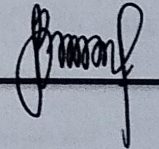


Sekretaris : **Dr., Eng. Heri Satria., S.Si., M.Si.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Prof., Dr. Kamisah, D.P., S.Si., M.Si.**



2. ~~Prof.~~ Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr., Eng. Heri Satria., S.Si., M.Si.
NIP. 1971100112005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 26 Oktober 2023

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS KARYA

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : M. Yusuf
NPM : 1917011004
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan bahwasanya skripsi berjudul **“Zeolit Pori Hirarkis: Hubungan Antara Porositas Tambahan Pada Mordenit dan ZSM-5 Terhadap Aktivitas Katalitik Reaksi Hidrolisis Selulosa”** adalah hasil penelitian dan pemikiran yang telah dikerjakan oleh saya sendiri dan tidak terdapat karya atau pendapat orang lain dalam penelitian saya, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam Daftar Pustaka. Saya tidak keberatan apabila data pada skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

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

Bandar Lampung, 26 Oktober 2023

Pembuat Pernyataan



M. Yusuf

NPM. 1917011004

RIWAYAT HIDUP



M. Yusuf, lahir di Ogan Komering Ilir, Kamis 27 Desember 2002, merupakan anak pertama dari 3 bersaudara. Terlahir dari pasangan ayahanda “Heru Siswanto” dan Ibunda “Hastuti”. Penulis menempuh Pendidikan pertama kali saat ber-usia 2,5 tahun di Taman Kanak-Kanak (TK) PGRI, Mulya Jaya, Ogan Komering Ilir pada tahun 2004-2006, kemudian melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar Negeri (SDN) 19 Talang Ubi, Muara Enim pada tahun 2007-2013. Penulis kemudian menempuh pendidikan di Sekolah Menengah Pertama Negeri (SMPN) 04 Talang Ubi pada tahun 2013-2016, dan melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Atas Negeri (SMAN) 01 Banjar Margo, Tulang Bawang pada tahun 2016-2019 dengan mengambil jurusan Ilmu Pengetahuan Alam.

Pada tahun 2019, Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, di Perguruan Tinggi Negeri, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Penulis aktif sebagai Kader Muda Himaki (KAMI) pada tahun 2019, dan menjadi salah satu anggota Biro Usaha Mandiri (BUM) pada masa jabatan 2020. Penulis telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Jurusan Kimia FMIPA UNILA yang berjudul “Modifikasi Pori pada Zeolite Socony Mobile-5 Menggunakan Bio-Mesoporogen Tepung Tapioka” bersamaan dengan pengerjaan tugas akhir ini sebagai salah satu syarat kelulusan menempuh pendidikan jenjang S1.

MOTO

“Vayadhamma sankhara, appamadena sampadetha”

(“Apapun yang berkondisi semua pasti akan hancur, maka berjuanglah dengan kesadaran penuh”)

(Mahaparinibbanna Sutta: DII.156)

Dat de pannekoken rund is süht man an den rand

(That the Pancake is Round Can Only be Seen, when You Reach its Rim)

Proverb from Westphalia

‘Cause Life Imitates Art*

(Lana Del Rey)

I promise, you will not find another person who is more sincere than me in this world, nor in the Heaven.

(Tian Guan Ci Fu; Hua Cheng to Xie Lian)



PERSEMBAHAN

ཨོཾ་མ་ཌི་པ་རྗེ་ཏུ་

Nammo Tassa Bhagavato Arahato Sammassambuddhassa
(Homage to Him, The Blessed One, The Exalted One, The Fully Enlightened One)

Karya Ini Kupersembahkan Bhakti Kepada:

Ravindra Joyceline Lokanatha, M.

Ayahandaku, Ibundaku Wanita terbaik dalam semesta, penerimaanmu sungguh luar biasa besar, ketabahanmu setinggi langit, semoga Allah SWT selalu melimpahkan rahmat kepada kalian berdua.

Adik-adikku,

Keluarga besarku, terimakasih selalu ada dalam sendi kehidupan ini.

Ibu, Dr. Mita Rilyanti., S.Si., M.Si.

Atas bimbinganmu, ilmu, dan semangat motivasi darimu.

Seluruh Dosen, dan Jajaran Staff Jurusan Kimia

Atas segala pembelajaran dan ilmunya

Y.M Bhikku, Pannajoto

Wujud Bhaktiku padamu, mohon izin untuk membalas semua kebaikan itu,
dengan menjadi pribadi yang penuh kesadaran*

Almamater Tercinta

Universitas Lampung

SANWACANA

Namo Tassa Bhagavato Arahato Sammassambuddhassa,
(Homage to Him, The Blessed One, The Exalted One, The Fully Enlightened One)

Terpujilah Sanghyang Adhi Buddha, tuhan maha Esa, Terpujilah sang Bhagava, Guru Agung Buddha Gautama, oleh karena berkah pancaran cinta kasih yang tiada batas-Nya, serta dukungan karma baik penulis akhirnya mampu menyelesaikan penulisan tugas akhir sebagai syarat kelulusan menempuh pendidikan jenjang S1.

Skripsi berjudul **“Zeolit Pori Hirarkis: Hubungan Antara Porositas Tambahan Pada Mordenit Dan ZSM-5 Terhadap Aktivitas Katalitik Reaksi Hidrolisis Selulosa”** telah berhasil diselesaikan. Pujā Bhakti, serta Puji syukur tidak lupa juga penulis senantiasa lantunkan kepada Sang Tathagatha yang telah mengajarkan dhamma yang tak ternilai harganya, kepada para Boddhisatva-Mahasattva, serta umat Buddhis seluruh Indonesia, yang menjalankan laku hidup luhur, mengikuti jalan suci berunsur delapan dari Sang Guru Agung Buddha Gautama. Atas segala kemudahan sebagai buah karma baik, penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada;

1. Kedua orang tua ter-kasih,yang telah membesarkan penulis, mendidik dengan didikan tulus laiknya didikan para bangsawan kekeratonan Ngayogyakarta, semoga alam semesta memberkati kalian semua*.
2. *Famille bien-aimée, aucun mot ne peut remplacer les compositions du langage et de l'âme, je vous aime tous.*

3. Ibu Dr. Mita Rilyanti.,S.Si., M.Si. Selaku pembimbing sekaligus sosok yang penulis kagumi sebagai seorang ibu, yang telah membimbing penulis, memberikan pembelajaran berharga, ilmu-ilmu yang tidak ternilai harganya, motivasi, semangat, serta optimism dalam menjalani hidup, ditengah gejolak spiritualisme. Penulis berharap semoga Allah SWT. Membalas semua kebaikan ibu, dan semoga Allah SWT. Selalu melindungi ibu,... Amin.
4. Lana Del Rey!! You're so fvcking adorable!! My first lovers; Born To Die, Summertime Sadness, Video Games, Queen of Disaster, American Whore, Fishtail, Radio, Cinammon Girl, Bartender, DYKTTATUOBlvd, Salvatore!.
5. Seluruh jajaran dosen dan staff jurusan Kimia, terimakasih sedalam-dalamnya. kepada mba Liza Apriliyani.
6. Kepada Y.M., Bhante Pannajoto. Dalam cinta kasih dan persaudaraan, rasa terimakasih penulis ucapkan sedalam-dalamnya, berkat engkau penulis senantiasa di berikan kekuatan untuk selalu bertahan hidup, apapun yang terjadi.
7. Kepada Y.M., Bhante Bhadrasuryaphalo. Berkat dukungan moral, dan spiritual yang engkau berikan, telah memberikan arti kehidupan yang sesungguhnya kepada penulis.
8. Kepada Y.M Bhikkuni Bhadrakhema, Samanera Dhuta, dan Samaneri Silvi. Rasa terimakasih akan selalu penulis haturkan, atas kebaikan dan penerimaan dengan tangan terbuka terhadap penulis.
9. Kepada Romo Jhoni Lie, selaku pengurus Kelenteng Agung Tridharma T.I.T.D Ciang Cin Miao, berkat bantuan engkau, tuntunan spiritual dan kesediaannya memperkenalkan kedamaian abadi Taoisme yang sangat indah.
10. Kepada Umat besar Saṅgha Agung Indonesia, khususnya umat Vihara Virya Paramitha.
11. Toothpick! I've forgiven you, sure I did....

12. Daniel Alexander, doesn't that hurt? I will be something for you, your dear brother. Joy*
13. Aaron W, Huang adikku tersayang “*Ne sommes-nous pas amoureux?*”, semoga semesta, dan karma baikku akan mempertemukan kita di kehidupan selanjutnya “*next life for sure*”.
14. Aniska Legia (Bocil LinkedIn), Mesa Saragih (Roti), Widya P (Wedyowati Lihan Umar), *bon merci beaucoup!*
15. Kepada teman-teman sekalian, terimakasih untuk dukungan dan keterbukaan kalian dalam menerima penulis.
16. Dan kepada semua orang baik, semoga berkah surga selalu menyertai.

Sebagaimana telah di sabdakan oleh Guru Agung Buddha Gautama; kebahagiaan datang ketika pekerjaan dan kata-kata anda menjadi manfaat bagi dirimu dan orang lain. Semoga penulis dapat merealisasikannya dalam kehidupan ini, dan Sabbe Satta Bhavantu Sukhitatta.

Bandar Lampung, 26 Oktober 2023

Penulis

M.Yusuf

NPM.1917011004



DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iv
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Masalah	1
1.2. Tujuan Penelitian	4
1.3. Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Silikon ($_{14}\text{Si}$) dan Alumunium ($_{13}\text{Al}$).....	5
2.2. Silika (SiO_2).....	7
2.2.1. Silika Kristalin.....	8
2.2.2. Silika Amorf	10
2.3. Silika Gel	11
2.4. Zeolit	11
2.5. Jenis-Jenis Zeolit.....	13
2.5.1. Zeolit Alam.....	15
2.5.2. Zeolit Sintetik	15
2.6. Zeolit MOR.....	16
2.7. <i>Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5)</i>	18
2.8. Aplikasi Zeolit	21
2.9. Sintesis Zeolit Metode Hidrotermal	21
2.10. Zeolit Pori Hirarkis	24
2.11. Sintesis Pori Hirarkis	25
2.12. <i>Renewable Bio-Mesoporogen</i>	26
2.12.1. Pati	26
2.12.2. Tepung Tapioka	28
2.13. Katalis	29
2.13.1. Zeolit sebagai Katalis Asam-Padat dalam Reaksi Hidrolisis Selulosa	29
2.13.2. Selulosa	31
2.13.3. Glukosa	32

2.14. Instrumen Karakterisasi	32
2.14.1. Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	33
2.14.2. <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA) Metode <i>Brunauer-Emmet-Teller</i> (BET).....	34
2.14.3. Metode 3,5-dinitrosalisilat (DNS) dan Spektrofotometri Ultralembayung-Sinar Tampak.....	38
III. METODE PENELITIAN	40
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	40
3.2. Alat dan Bahan.....	40
3.3. Prosedur Penelitian	41
3.3.1. Sintesis Zeolit MOR Metode Hidrotermal	41
3.3.2. Sintesis ZSM-5 Metode Hidrotermal	43
a) Sintesis Benih ZSM-5.....	43
b) Sintesis ZSM-5 Non-Hirarki	44
c) Sintesis ZSM-5 Pori-Hirarki.....	45
3.4. Karakterisasi Zeolit MOR dan ZSM-5.....	46
3.5. Uji Aktivitas Katalitik ZSM-5 pada Reaksi Hidrolisis Selulosa.....	46
3.5.1. Persiapan Bahan Baku Kulit Singkong.....	47
3.5.2. Persiapan Katalis Asam H-MOR dan H-ZSM-5	47
3.5.3. <i>Pre-Treatment</i> H-MOR dan H-ZSM-5 Metode <i>Mix-Milling</i>	48
3.5.4. Uji Katalitik H-MOR dan H-ZSM-5 pada Reaksi Hidrolisis	48
3.5.5. Penentuan Suhu Optimum Reaksi Hidrolisis.....	49
3.5.6. Penentuan Waktu Optimum Reaksi Hidrolisis.....	49
3.5.7. Penentuan Jumlah Katalis Optimum Reaksi Hidrolisis.....	50
3.5.8. Analisis Gula Pereduksi.....	50
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	51
4.1. Pengantar	51
4.2. Sintesis Zeolit MOR	52
4.3. Sintesis Benih ZSM-5	53
4.4. Sintesis ZSM-5.....	55
4.5. Karakterisasi Zeolit: <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	56
a) <i>X-Ray Diffraction</i> Zeolit MOR	57
b) <i>X-Ray Diffraction</i> ZSM-5.....	59
4.6. Karakterisasi Zeolit: <i>Surface Area Analyser</i> (SAA) Metode <i>Brunauer-Emmet-Teller</i> (BET) dan <i>Barret-Joyner-Halenda</i> (BJH).....	62
4.7. Preparasi Uji Aktivitas Katalitik	66
a) Persiapan Katalis Asam H-MOR dan H-ZSM-5.....	66
b) Preparasi Kulit Singkong	68
4.8. Hidrolisis Selulosa	70
4.8.1. Penentuan Suhu Optimum Reaksi Hidrolisis	73
4.8.2. Penentuan Waktu Optimum Reaksi Hidrolisis.....	75
4.8.3. Penentuan Jumlah Katalis Optimum Reaksi Hidrolisis.....	76
4.8.4. Analisis Gula Pereduksi	78
V. KESIMPULAN DAN SARAN	81
5.1 Kesimpulan	81
5.2 Saran.....	82

DAFTAR PUSTAKA	82
LAMPIRAN.....	90

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Unit bangun primer dan sekunder struktur zeolit	13
2. Klasifikasi mineral zeolit.....	14
3. Rasio molar Si/Al pada beberapa zeolit sintetik.....	16
4. Data kerangka struktur MOR	17
5. Data zeolit tipe kerangka MFI	20
6. Presentase komponen mayor dan minor dalam tepung tapioka.....	28
7. Perhitungan komposisi molar pereaksi dalam sintesis zeolit mordenit	42
8. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis benih ZSM-5	43
9. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 non-hirarki	44
10. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 pori-hirarki	45
11. Data analisis BET dan BJH zeolit hasil sintesis	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Konfigurasi elektronik unsur silikon (Si)	6
2. Konfigurasi elektronik unsur aluminium (Al).....	6
3. Struktur tetrahedral silikon dioksida (a), dan Struktur Si-O-Si pada silikon dioksida	7
4. Struktur padatan silika	8
5. Struktur kristalin dari fasa kristal tunggal silika	9
6. Beberapa bentuk kristal SiO ₂ ; kristobalit (a), tridimit (b), dan kuarsa (c)	9
7. Skema susunan atom dalam (a) silika kristalin, (b) silika amorf, dan (c) gas ...	10
8. Struktur kimia pada silika gel	11
9. Geometri zeolit bentuk tetrahedral [SiO ₄] ⁴⁻ /[AlO ₄] ⁵⁻ (<i>Primay Building Units</i> , PBU)	12
10. Kerangka struktur zeolit mordenit (MOR)	17
11. Struktur cincin atom oksigen pada ZSM-5 dilihat dari [010] (a), dan struktur cincin atom oksigen pada ZSM-5 dilihat dari [100] (b)	19
12. Topologi kerangka zeolit tipe MFI	19
13. Proses pembentukan struktur ZSM-5.....	20
14. Teflon-autoklaf, alat yang dibutuhkan dalam sintesis zeolit	23
15. Latar belakang sintesis zeolit pori hirarkis, sebagai solusi untuk mengatasi kelemahan zeolit konvensional	24
16. Skema sintesis zeolit pori hirarkis dengan metode cetak lunak.....	25
17. Struktur molekul pati	27
18. Skema pembentukan mesopori pada zeolit menggunakan bio-mesoprogen pati.....	27
19. Hidrolisis selulosa menjadi glukosa dengan penambahan katalis asam padat....	30
20. Struktur molekul selulosa (a) dan skema ikatan intermolekul, dan intramolekul hidrogen dalam selulosa (b).....	31
21. Struktur molekul glukosa	32
22. Difraktogram zeolit MOR yang disintesis tanpa templat organik	33
23. Pola XRD dari ZSM-5 yang disintesis pada periode waktu kristalisasi yang berbeda (a) dan kurva kinetik kristalisasi (b).....	34
24. Klasifikasi IUPAC untuk pola adsorpsi-desorpsi isotermik gas N ₂ pada material	37

25. Reaksi reagen DNS dengan glukosa	38
26. Proses sintesis MOR non-hirarki: a) pencampuran prekursor, b) sol-gel yang akan disintesis secara hidrotermal c) proses sintesis hidrotermal, dan d) MOR yang telah dikeringkan	52
27. Proses sintesis MOR pori-hirarki: a) pencampuran prekursor, b) sol-gel yang akan disintesis secara hidrotermal c) proses sintesis hidrotermal, dan d) MOR hirarki yang telah dikeringkan	53
28. Proses sintesis benih ZSM-5: a) pencampuran prekursor, b) sol-gel yang akan disintesis secara hidrotermal c) proses sintesis hidrotermal, dan d) benih ZSM-5 yang telah dikeringkan	54
29. Proses sintesis ZSM-5 non-hirarki: a) pencampuran prekursor, b) sol-gel yang akan disintesis secara hidrotermal c) proses sintesis hidrotermal, dan d) ZSM-5 non-hirarki yang dikeringkan.....	55
30. Proses sintesis ZSM-5 pori-hirarki: a) pencampuran prekursor, b) sol-gel yang akan disintesis secara hidrotermal c) proses sintesis hidrotermal, dan d) ZSM-5 pori-hirarki yang dikeringkan.....	56
31. Perbandingan pola difraksi pada; a) zeolit MOR standar (IZA), b) zeolit MOR non-hirarki, dan c) zeolit MOR pori-hirarki	57
32. Puncak-puncak kristalinitas zeolit MOR hasil sintesis; a) puncak kristalinitas MOR non-hirarki, dan b) puncak kristalinitas MOR pori-hirarki.....	58
33. Perbandingan pola difraksi pada; a) ZSM-5 standar (IZA), b) benih ZSM-5, c) ZSM-5 non-hirarki, dan d) MOR pori-hirarki	60
34. Puncak-puncak kristalinitas zeolit ZSM-5 hasil sintesis; a) puncak kristalinitas ZSM-5 non-hirarki, dan b) puncak kristalinitas ZSM-5 pori-hirarki	61
35. Pola adsorpsi-desorpsi N ₂ sampel: a) MOR non-hirarki, dan b) MOR pori-hirarki, c) ZSM-5 non-hirarki, dan d) ZSM-5 pori-hirarki	63
36. Model NL-DFT zeolit: a) MOR non-hirarki, b) MOR pori-hirarki, c) ZSM-5 non-hirarki, dan d) ZSM-5 pori-hirarki	64
37. Proses <i>ion-exchange</i> zeolit a) dan produk H-zeolit b)	67
38. Proses preparasi selulosa kulit singkong: a) kulit singkong kering, b) <i>pulp</i> kulit singkong, dan c) tepung kulit singkong	68
39. Mekanisme penyerangan ikatan antara senyawa lignin dan selulosa oleh nukleofil OH ⁻	69
40. Preparasi selulosa kulit singkong; a) delignifikasi tepung kulit singkong, b) pembilasan lindi hitam, c) proses <i>bleaching</i> , d) pembilasan hasil <i>bleaching</i> , dan e) hasil <i>freeze-dryng</i> selulosa	69
41. Interaksi padatan katalis dan selulosa kulit singkong menggunakan metode <i>mix-milling</i>	70
42. Uji katalitik H-zeolit: a) pengujian dalam alat tefflon-autoklaf, dan b) filtrat hasil uji katalitik.....	71
43. Reaksi antara reagen DNS dengan filtrat hasil uji aktivitas katalitik	71

44. Mekanisme pembentukan 3-amino-5-nitrosalisilat yang menyebabkan perubahan warna pada larutan dari kuning menjadi jingga kemerahan.....	72
45. Penentuan suhu optimum reaksi hidrolisis	73
46. Penentuan waktu optimum reaksi hidrolisis	75
47. Penentuan jumlah katalis optimum reaksi hidrolisis.....	76
48. Analisis gula pereduksi	78

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Katalisis dapat didefinisikan sebagai sebuah fenomena dimana suatu reaksi kimia dipercepat melalui penambahan sejumlah kecil senyawa asing berupa padatan, cairan, maupun gas, yang disebut sebagai katalis. Penambahan katalis yang sesuai dalam sistem reaksi mampu mempercepat laju reaksi kimia tanpa menggeser konstanta kesetimbangan dari reaksi tersebut (Deutschman *et al.*, 2009). Katalis seringkali digunakan dalam produksi ammonia, asam sulfat, pemurnian air, reaksi asilasi *Friedl-Craft*, reaksi transesterifikasi, dan reaksi hidrolisis atau pemecahan polimer (Ammar *et al.*, 2016; Huang and Fu, 2013). Salah satu jenis material yang digunakan sebagai katalis adalah material berpori seperti zeolit, yang memiliki keberagaman dalam komposisi kimia, geometri kristal, derajat kristalinitas, serta perbedaan pada ukuran pori-porinya (Song *et al.*, 2004).

Zeolit dapat didefinisikan sebagai suatu material berbentuk kristal alumino-silikat terhidrat, yang disusun atas tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang mempunyai pori, situs asam, luas permukaan yang tinggi, dan mempunyai tingkat kestabilan termal yang baik, sehingga dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti; penukaran ion (*ion exchange*), dan absorben zat warna (Ríos *et al.*, 2009; Wang *et al.*, 2010). Zeolit dapat dikelompokkan menjadi dua macam yaitu; zeolit alam, dan zeolit sintetik (Lestari, 2010). Zeolit alam dinilai masih memiliki kelemahan yaitu mengandung banyak pengotor, tingkat kristalinitas yang kurang baik dan aktivitas katalitik yang rendah sehingga perlu di modifikasi atau di aktivasi terlebih dahulu untuk meningkatkan aktivitasnya (Darajah *et al.*, 2018). Berbeda dengan zeolit alam, zeolit sintetik mempunyai aktivitas yang tinggi karena kristalinitasnya yang

baik dengan kemurnian tinggi, dan hanya kation tertentu saja yang terdapat dalam situs permukaannya seperti; (H^+ , dan Na^+) (Wang *and* Wang, 2010). Beberapa jenis zeolit sintetis yang dikenal secara luas saat ini antara lain adalah; zeolit A, zeolit X, zeolit Na-P, zeolit β , zeolit Y, zeolit mordenit (MOR), dan *Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5) (Wang *et al.*, 2021).

Salah satu zeolit sintetis yang banyak dimanfaatkan dalam bidang katalitik dan industri saat ini adalah MOR, dan ZSM-5, yang dikenal memiliki kestabilan termal tinggi, banyaknya situs asam, ukuran partikel yang relatif kecil, serta distribusi mikropori yang seragam yang dapat meningkatkan selektivitas bentuk, kemampuan adsorpsi, dan meningkatkan aktivitas katalitik untuk reaksi-reaksi pengubahan (Rohayati, *and* Sihombing 2017; Mignoni *et al.*, 2008). Zeolit sintetis MOR dan ZSM-5 sendiri dapat diproduksi melalui jalur sintesis hidrotermal dari cairan induk alkali silikat-aluminat yang bersumber dari bahan kimia sintetis seperti silika komersil (Jiang *et al.*, 2014; Ruren, 2007).

Dengan keunggulan yang dimilikinya, zeolit MOR dan ZSM-5 tidak terlepas dari kelemahan terutama pada ukuran pori yang terdiri satu jenis pori saja. Keberadaan pori tunggal berukuran mikro pada zeolit ini dapat menimbulkan resiko terjadinya hambatan difusi sehingga molekul-molekul reaktan kesulitan mencapai situs-situs asam pada permukaan zeolit. Oleh karena itu, untuk menghindari resiko terjadinya hambatan difusi, dan meningkatkan efektivitas zeolit MOR, dan ZSM-5 sebagai katalis, maka zeolit perlu dibuat dalam bentuk pori hirarkis, yang berarti dalam satu jenis zeolit terdapat paling tidak dua tingkat porositas didalamnya (Hartmann *et al.*, 2016). Zeolit pori hirarkis memiliki mikroporositas, mesoporositas, dan makroporositas yang mampu mengurangi batasan sterik untuk molekul berukuran lebih besar, meningkatkan laju difusi intrakristalin, memaksimalkan pemanfaatan katalis, dan dapat memodulasi selektivitas terhadap produk target. Metode utama dalam melakukan sintesis zeolit pori hirarkis terbagi menjadi dua jenis yaitu; metode cetak lunak (*soft templating*) dan metode cetak keras (*hard templating*) dengan adanya penambahan suatu agen pengarah pembentukan mesopori yang disebut mesoporogen (Kadja, dkk 2013).

Mesoporogen sintetis seperti karbon hitam, diketahui efektif dalam sintesis zeolit pori hirarki, seperti yang dilakukan oleh Madsen *and* Jacobsen (1999), berhasil melakukan sintesis ZSM-5 nanokristalin menggunakan mesoporogen karbon hitam yang diimpregnasi ke zeolit melalui pendekatan *hard templating*. Akan tetapi metode tersebut membutuhkan biaya yang tinggi, energi yang besar untuk menghilangkannya, dan tidak ramah bagi lingkungan (Che *et al.*, 2014). Penelitian yang telah banyak dilakukan saat ini adalah memanfaatkan bio-mesoporogen yang murah, mudah didapat, ramah lingkungan, dan berkelanjutan. Bio-mesoporogen yang mulai diaplikasikan sebagai mesoporogen saat ini adalah polimer, turunan pati seperti tepung, sukrosa (Unnikrishnan, 2019), glukosa, dan selulosa, (Nandan *et al.*, 2014; Che *et al.*, 2019). Penelitian yang dilakukan Wang *et al.*, (2009) juga melaporkan berhasil melakukan sintesis ZSM-5 pori hirarkis dengan mesoporogen pati terkandung dalam roti (*bread*).

Zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarki dalam penelitian ini disintesis menggunakan pendekatan metode cetak lunak (*soft templating*), dengan adanya penambahan bio-mesoporogen tepung tapioka yang belum pernah digunakan dalam penelitian terdahulu, namun didasarkan pada hasil penelitian lain menggunakan pati murni tanpa adanya kandungan pengotor, sehingga peneliti tertarik untuk menggunakan pati terkandung dalam tepung tapioka sebagai bio-mesoporogen baru yang dinilai lebih ramah lingkungan. Sumber silika yang digunakan dalam sintesis MOR dan ZSM-5 pori hirarkis adalah silika koloid LUDOX dengan kemurnian yang tinggi, dan sumber alumina didapatkan melalui penambahan $\text{Al}(\text{OH})_3$. Sintesis MOR dan ZSM-5 pori hirarkis dilakukan menggunakan metode hidrotermal, selain itu pada sintesis ZSM-5 dilakukan penambahan benih ZSM-5 yang diharapkan dapat mengarahkan pembentukan kristal ZSM-5. Hasil yang didapat dalam penelitian dibuktikan menggunakan karakterisasi dengan instrumen sebagai berikut; *X-Ray Diffraction* (XRD), *Surface Area Analyser* (SAA) menggunakan metode BET, dan spektrofotometri Ultralembayung-sinar tampak.

1.2. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas, adapun tujuan dari dilakukannya penelitian ini antara lain adalah sebagai berikut ini;

1. Memperoleh zeolit mordenit (MOR) dan *Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5) pori hirarkis dengan menggunakan bio-mesoporogen tepung tapioka.
2. Memperoleh dan menentukan karakteristik dari zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarkis yang disintesis dengan penambahan bio-mesoporogen tepung tapioka.
3. Menentukan aktivitas katalitik zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarkis yang disintesis dengan penambahan bio-mesoporogen tepung tapioka terhadap reaksi hidrolisis selulosa kulit singkong.

1.3. Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan manfaat yang besar dalam bidang kimia seperti;

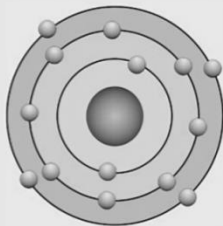
1. Memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarkis.
2. Memberi informasi lebih lanjut mengenai keefektivitasan tepung tapioka sebagai bio-mesoporogen, dalam sintesis zeolit MOR dan ZSM-5.
3. Memberikan informasi mengenai aktivitas katalitik zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarki dengan penambahan bio-mesoporogen tepung tapioka dalam proses hidrolisis selulosa dari kulit singkong.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Silikon ($_{14}\text{Si}$) dan Alumunium ($_{13}\text{Al}$)

Silikon ($_{14}\text{Si}$) (bahasa Yunani; *silicis*; logam) merupakan salah satu unsur kimia semikonduktor yang memiliki nomor atom 14 dengan konfigurasi elektronik yaitu; $_{14}\text{Si} : [\text{Ne}] 3s^2 3p^2$ (Gambar 1) unsur ini terletak pada golongan IV A dalam tabel periodik unsur. Silikon dijumpai sebagai unsur tetravalensi (empat atom valensi) dengan sifat kurang reaktif dibandingkan dengan unsur karbon, namun bersifat lebih reaktif jika dibandingkan dengan unsur germanium. Unsur silikon memiliki titik lebur sebesar $1,420\text{ }^\circ\text{C}$, titik didih sebesar $3,265\text{ }^\circ\text{C}$, dan kerapatan $2,33\text{ g/cm}^3$. Unsur silikon tidak terdapat secara bebas di alam, akan tetapi dapat ditemukan pada sebagian besar batuan, pasir, maupun tanah liat. Dalam beberapa senyawa khusus seperti polimer, silikon dapat bertindak sebagai unsur non-logam yang diakibatkan oleh interaksinya dengan oksigen. Unsur ini dapat ditemukan dalam dua jenis alotrop; berupa suatu bubuk amorf berwarna kecokelatan yang dikenal sebagai pasir, dan dapat ditemukan dalam bentuk kristal metalik yang berkilau, dengan warna khas keabuan. Kristal tunggal unsur silikon dapat disintesis melalui proses *Czochralski*, dimana silikon yang mengkristal tersebut ditingkatkan dengan "doping" kristal yang dibantu elemen-elemen lain seperti boron (B), germanium (Ge), gallium (Ga), fosfor (P), atau arsenik (As). Kegunaan utama dari kristal silikon antara lain adalah dalam proses pembuatan *microchip* pada perangkat elektronik yang sering kita gunakan dalam kehidupan sehari-hari, silikon juga diperlukan tubuh manusia untuk membantu memperkuat jaringan ikat dan tulang, kesehatan kulit, kuku, dan kesehatan rambut (Krebs, 2006; Sze 2010).

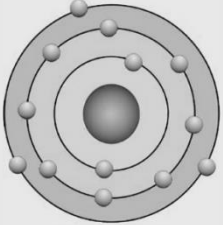
Konfigurasi Elektronik	
Tingkat Energi	Orbital Elektron
1-K = 2	s ²
2-L = 8	s ² , p ⁶
3-M = 4	s ² , p ²



Gambar 1. Konfigurasi elektronik unsur silikon (Si) (Krebs, 2006).

Aluminium adalah unsur logam dengan nomor atom 13, yang berasal dari kata Latin *alumen* atau *aluminis*, yang berarti ‘tawas’, hal ini merujuk pada bentuk aluminium sulfat atau aluminium kalium sulfat yang memiliki rasa yang pahit. Apabila ditinjau dari pendekatan ilmu kimia, logam aluminium memiliki titik lebur sebesar 660,32 °C, titik didih 2470 °C, kepadatan 2,70 g/cm³, konfigurasi elektron ${}_{13}\text{Al}: [\text{Ne}] 3s^2 3p^1$ (Krebs, 2006). Aluminium merupakan jenis elemen paling berlimpah ketiga di permukaan bumi yaitu sebanyak 8% dari kelimpahan aluminium yang ada, unsur ini juga dapat ditemukan terkandung dalam berbagai persenyawaan kimia, dengan membentuk suatu oksida logam seperti Al_2O_3 , dan bukan merupakan logam berat. Dalam bentuk murninya aluminium berupa logam berwarna putih kebiruan, dengan kelenturan, dan keuletan yang tinggi (Sze, 2010). Alloy atau paduan dari logam aluminium memiliki sifat mudah dibentuk, dapat didestruksi, digulung, dan disambung melalui pengelasan. Aluminium merupakan unsur logam yang mampu menghantarkan listrik dan panas dengan baik, sehingga digunakan secara luas dalam berbagai bidang seperti industri kabel, perabotan, maupun otomotif. Konfigurasi elektron unsur Al dapat dilihat pada Gambar 2.

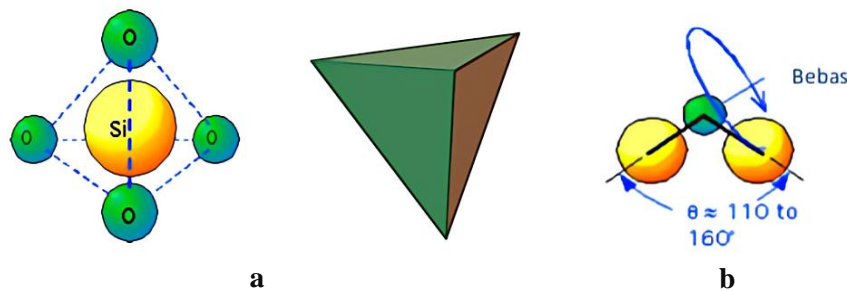
Konfigurasi Elektronik	
Tingkat Energi	Orbital Elektron
1-K = 2	s ²
2-L = 8	s ² , p ⁶
3-M = 3	s ² , p ¹



Gambar 2. Konfigurasi elektronik unsur aluminium (Al) (Krebs, 2006).

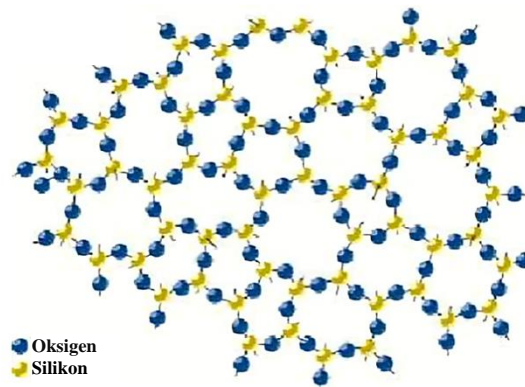
2.2. Silika (SiO₂)

Silika (SiO₂) merupakan material berpori yang terbentuk atas atom oksigen dan silikon, dimana atom oksigen pada silika memiliki sifat elektronegatif sehingga kerapatan elektron pada atom silikon dapat ditransfer sebagian ke atom oksigen. Silika terikat secara kovalen membentuk suatu struktur tetrahedral dengan 4 atom oksigen Gambar 3. Sudut ikatan yang terbentuk pada struktur (O-Si-O) di dalam silika adalah sebesar 109°, (Si-O-Si) sebesar 145°, dengan jarak antara atom Si-O sebesar 1,61 Å (0,16 nm) (Sunarya 2019). Ikatan antar atom silikon pada silika disebut sebagai “jembatan” oksigen yang memberikan sifat unik pada silika dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur tetrahedral silikon dioksida (a) dan struktur Si-O-Si pada silikon dioksida (Sunarya, 2019).

Silika dapat ditemukan di alam terkandung dalam batuan, tanah liat, dan pasir, dalam bahan nabati seperti sekam padi, dan batang tebu. Pada sistem strukturalnya, pori pada silika berhubungan erat dengan luas permukaannya, dimana semakin besar ukuran pori dari silika, maka luas permukaannya juga akan semakin besar sehingga kemampuan adsorpsinya dapat meningkat. Silika adalah senyawa yang bersifat *inert*, memiliki kestabilan termal dan mekanik yang tinggi, kemampuan adsorpsi yang baik, mudah dimodifikasi dengan senyawa lain guna meningkatkan kinerjanya, dapat digunakan dalam proses penukaran ion, dan dapat digunakan untuk prekonsentrasi atau pemisahan analit, karena proses pengikatan analit pada permukaan silika bersifat dapat balik (Hardyanti *et al.*, 2017). Struktur dari padatan silika ini dapat ditunjukkan oleh Gambar 4.

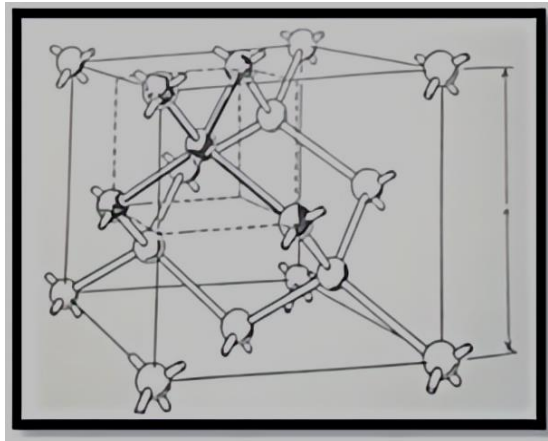


Gambar 4. Struktur padatan silika (Sunarya, 2019).

Perbedaan mendasar yang dimiliki silika berdasarkan sistem strukturalnya, yaitu bentuk *amorphous*/amorf dan kristalin, silika yang dijumpai dalam bahan-bahan nabati, maupun silika yang terakumulasi didalam makhluk hidup dengan bentuk amorf. Silika yang berasal dari sumber mineral seperti bebatuan, dan pasir yang memiliki bentuk kristalin, yang dikenal dengan istilah “silikat” yaitu bentuk dari mineral silika. Bentuk-bentuk pada silika dapat digolongkan berdasarkan ikatan bangunnya meliputi: nesosilikat, sorosilikat, siklosilikat, inosilikat, *phyllosilikat*, dan bentuk tektosilikat. Kestabilan silika dapat dilihat dari sifatnya yang relatif kurang reaktif terhadap Cl_2 dan H_2 , asam, dan pada sebagian besar logam di suhu $25\text{ }^\circ\text{C}$ atau lebih. Silika dapat bereaksi dengan F_2 , HF , hidroksida, alkali, H_2O serta leburan karbonat (Cotton *and* Wilkinson., 1972; Hardyanti *et al.*, 2017).

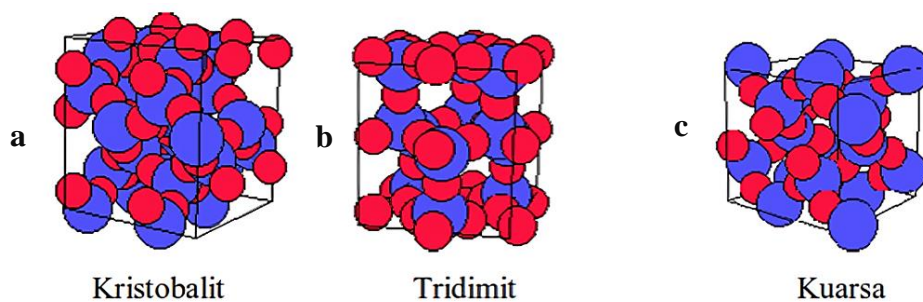
2.2.1. Silika Kristalin

Silikon dioksida (SiO_2) memiliki sebanyak 35 bentuk kristalin, dengan berbagai tingkat keberagaman pada kerapatan yang berbeda-beda (17 unit sampai 43 unit SiO_2 per 100 \AA^3). Adapun struktur untuk silika kristalin dalam fasa tunggal dapat ditunjukkan oleh Gambar 5. Pada sistem silika kristalin terdapat kecenderungan orientasi dan posisi tetrahedron yang dibentuk silika, menyebabkan silika kristalin memiliki banyak bentuk yang disebut *polymorphism* (Sunarya, 2019).



Gambar 5. Struktur kristalin dari fasa kristal tunggal silika (Sunarya, 2019).

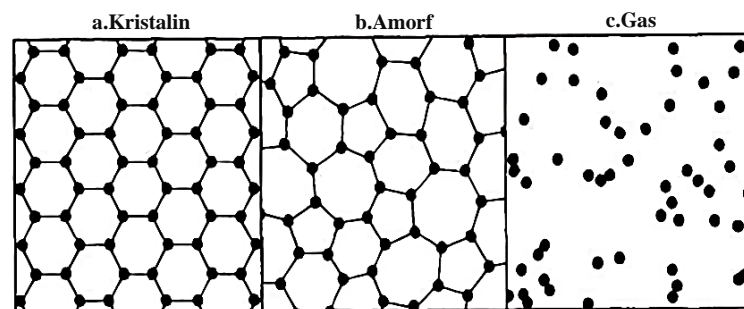
Meskipun memiliki struktur kimia yang sama, struktur silika bergantung pada temperatur, dan tekanan pada saat silika terbentuk, serta kecepatan pendinginan yang terjadi dalam kasus tertentu. Hal inilah yang menyebabkan silika dapat membentuk struktur yang berbeda-beda dengan tiga bentuk struktural utama diantaranya adalah kristobalit, tridimit, dan kuarsa. Struktur kristobalit silika dapat terbentuk pada temperatur 1470 °C, struktur tridimit silika dapat terbentuk pada temperatur 870-1470 °C, dan struktur silika kuarsa dapat terbentuk pada temperatur 870 °C. Silika kristalin merupakan salah satu material berpori yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, karena sifatnya yang stabil terhadap pengaruh mekanik, dan memiliki tingkat keasaman yang tinggi (Dipowardani dkk., 2008; Hardyanti *et al.*, 2017). Beberapa bentuk utama dari silika kristalin dapat disajikan oleh Gambar 6.



Gambar 6. Beberapa bentuk kristal SiO_2 ; kristobalit (a), tridimit (b), dan kuarsa (c) (Sunarya, 2019).

2.2.2. Silika Amorf

Silika terdapat dalam bentuk amorf (tidak beraturan) maupun polikristal dengan bentuk sistem kristal berbeda-beda (Trianasari dkk., 2017). Silika nonkristalin diketahui memiliki *Short Range Order* (SRO) yaitu susunan atom yang teratur dan dapat diprediksi pada jarak pendek, serta *corner-sharing* atau kemampuan struktur 3 dimensi sudut tetrahedral SiO_4 agar dapat terbentuk, struktur yang sama seperti pada silika kristalin, akan tetapi tidak dengan *Long Range Order* (LRO) yaitu susunan atom tidak beraturan pada jarak jauh, dan susunan yang acak secara terus-menerus. Sudut Si-O-Si inter-tetrahedral mencakup rentang penuh dari 120° hingga 180° dengan maksimum mendekati 144° dalam kaca silika (Greve, 2012). Perbedaan antara silika kristalin dan non-kristalin dapat dilihat dari susunan atom dalam strukturnya yang disajikan oleh Gambar 7.

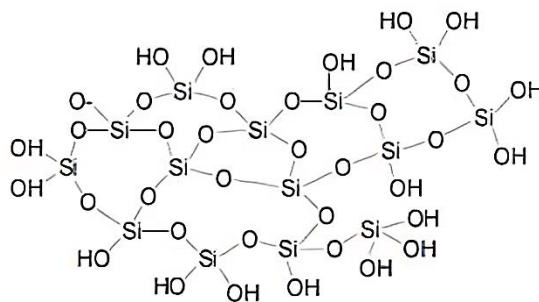


Gambar 7. Skema susunan atom dalam (a) silika kristalin, (b) silika amorf, dan (c) gas (Sunarya, 2019).

Silika amorf dapat ditemui dalam makhluk hidup seperti pada *radiolarian*, *silicoflagellata*, dan beberapa *sponges*, dan digunakan dalam industri bangunan, kaca dan elektronik. Pola acak yang dimiliki oleh silika amorf menyebabkan besarnya luas permukaan yang dimilikinya, pada berbagai kondisi silika amorf memiliki sifat lebih reaktif jika dibandingkan dengan silika kristalin. Hal ini disebabkan oleh karena adanya gugus-gugus hidroksil atau silanol yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C . Gugus silanol ($-\text{SiOH}$) dapat dijumpai berada di atas permukaan silika yang menyebabkan terbentuknya area atau daerah yang reaktif (Wang and Wang, 2009).

2.3. Silika Gel

Merupakan silika amorf, terdiri dari globula SiO_4 berbentuk tetrahedral yang tersusun tidak teratur karena adanya kondensasi dari suatu asam *orthosilicate* ataupun *monosilicate* hal ini berbeda dengan struktur satuan mineral silika pada umumnya yang mengandung kation Si^{4+} dan terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion O^{2-} . Struktur silika gel tidak beraturan ini beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang berukuran lebih besar (sekitar 1-25 μm) dan dapat dilihat pada Gambar 8. Rumus kimia silika gel secara umum yaitu $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, yang dapat dibuat melalui dua jalur: (1) polimerisasi asam silikat dan (2) agregasi partikel koloid dari silika. Asam silikat, $\text{Si}(\text{OH})_4$ memiliki kecenderungan kuat untuk mengalami polimerisasi sehingga membentuk jaringan siloksan (Si-O-Si), meninggalkan sejumlah minimum gugus Si-OH tidak terkondensasi, dimana harga pH sangat penting dalam proses polimerisasi (Yang, 2003).

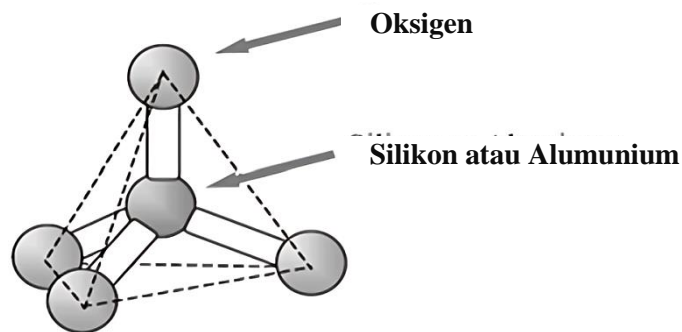


Gambar 8. Struktur kimia pada silika gel (Sunarya, 2019).

2.4. Zeolit

Zeolit adalah kristal aluminosilikat terhidrasi dengan struktur tiga dimensi yang tersusun dari satuan TO_4 tetrahedral ($\text{T} = \text{Si}$ atau Al) yang dihubungkan secara bersamaan dengan berbagi atom oksigen untuk membentuk rongga dan saluran dimensi atom intrakristalin yang teratur. Adanya elemen Al dalam kerangka zeolit menimbulkan muatan bersih negatif yang berpotensi digunakan sebagai penukar ion bermuatan positif (Shirazi *et al.*, 2008). Zeolit memiliki struktur mikro berpori

dan luas permukaan besar sehingga memiliki sifat adsorpsi dan sifat katalitik yang baik. Rumus umum zeolit dapat dituliskan sebagai: $M_{x/n} \{(AlO_2)_x(SiO_2)_y\} \cdot pH_2O$, dimana “M” adalah suatu kation bermuatan positif dengan “n” valensi dari kation M yang dapat dipertukarkan. “X” menunjukkan jumlah atom Al, “y” merupakan jumlah atom Si, dan “p” adalah jumlah air kristal, “ y/x ” = 1-6, “ p/x ” = 1-4, “{ }” merupakan bentuk kerangka dasar struktur alumina-silikat. Zeolit terbentuk atas tetrahedral $[SiO_4]^{4-}$ dan $[AlO_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa dengan struktur tiga dimensi yaitu polihedral yang terbentuk atas jaringan yang terhubung pada satu sudut oleh oksigen (Gambar 9). Untuk tujuan katalitik, modifikasi zeolit dilakukan dengan beberapa logam. Adanya kandungan logam transisi dalam zeolit diketahui menunjukkan aktivitas katalitik yang tinggi (Krebs, 2006; Song *et al.*, 2004).



Gambar 9. Geometri zeolit bentuk tetrahedral $[SiO_4]^{4-} / [AlO_4]^{5-}$ (*Primay Building Units, PBU*) (Krebs, 2006).

Zeolit memiliki karakteristik khusus yang membuatnya dapat diidentifikasi dan membedakannya dari material lain diantaranya adalah sebagai berikut ini;

1. Tektosilikat, struktur tiga dimensi zeolit yang terbentuk dari tetrahedral.
2. Sebagian kecil silikon digantikan oleh aluminium, sehingga nisbah untuk $(Si+Al)/O = 1/2$. (Tetrahedral biasanya dilambangkan atom-T).
3. Kerangka struktur terbuka zeolit terbentuk dari tetrahedral-TO, pori-pori dan beberapa rongga kosong.
4. Memiliki kation yang terletak di dalam pori maupun rongga-rongga kosong, yang bergerak bebas, hal ini berfungsi untuk mengimbangi muatan negatif akibat adanya substitusi aluminium (Al).

5. Aturan Lowensteins menunjukkan adanya batasan-batasan pada jumlah aluminium yang dapat disubstitusikan ke dalam kerangka struktur dalam zeolit.
6. Kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi sangat bergantung pada rasio dari Si/Al penyusun zeolit.
7. Zeolit merupakan material berpori yang memiliki banyak kegunaan salah satunya adalah adsorben, katalis dalam berbagai reaksi pemecahan biopolimer, katalis dalam industri minyak bumi, transesterifikasi, katalis dalam reaksi *Friedl-Craft*, alkilasi, dan proses *ion-exchange* (Lestari, 2010).

2.5. Jenis-Jenis Zeolit

Zeolit memiliki banyak sekali manfaat dalam berbagai bidang seperti dalam bidang kimia, maupun industri. Zeolit dapat ditemukan terkandung di dalam mineral dengan bentuk yang tidak murni, dapat juga ditemukan sebagai material murni sebagai hasil sintesis dalam skala laboratorium. Saat ini dikenal sebanyak 40 jenis zeolit alam dan lebih dari 120 zeolit sintetik. Zeolit dapat diklasifikasikan berdasarkan ikatan lingkaran ganda 4, 6, 8 dan kompleks yang disebut sebagai unit bangun sekunder (UBS), berupa konfigurasi beberapa tetrahedra Si/Al atau (TO₄) sebagai unit bangun primer (Las dan Zamroni, 2002). Klasifikasi mineral zeolit menurut unit bangun primer dan sekunder dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Unit bangun primer dan sekunder struktur zeolit

Unit Bangun Struktur	Keterangan
Unit bangun primer (TO ₄)	Tetrahedra dari 4 atom oksigen dengan pusat atom Si atau Al
Unit bangun sekunder/ <i>Secondary Building Units</i> (SBU)	Lingkar tunggal: S4R, S6R, S8R, Lingkar ganda: D4R, D6R dan D8R, Kompleks: T ₅ O ₁₀ (4- 1), T ₈ O ₁₆ (5-1) dan T ₁₀ O ₂₀ (4-4-1)

(Las dan Zamroni, 2002).

Beberapa jenis zeolit dapat diklasifikasikan menurut aturan Unit Bangun Sekunder (UBS), sehingga baik zeolit alam maupun zeolit sintetik dapat diklasifikasikan lebih lanjut seperti disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Klasifikasi mineral zeolit

Zeolit	Rumus Kimia Zeolit	Secondary Building Units (SBU)
Kelompok Analsim		
Analsim	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}] 6\text{H}_2\text{O}$	S4R
Wairakit	$\text{Ca}_8[\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}] 6\text{H}_2\text{O}$	S4R
Kelompok Natrolit		
Natrolit	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}] 6\text{H}_2\text{O}$	T ₅ O ₁₀ (4-1)
Thomsonit	$\text{Na}_{16}\text{Ca}_8[\text{Al}_{20}\text{Si}_{20}\text{O}_{80}] 24\text{H}_2\text{O}$	T ₅ O ₁₀
Kelompok Heulandit		
Heulandit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}] 24\text{H}_2\text{O}$	T ₁₀ O ₂₀ (4-4-1)
Klinoptilolit	$\text{Na}_6[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}] 24\text{H}_2\text{O}$	T ₁₀ O ₂₀
Kelompok Filipsit		
Filipsit	$\text{K}_2\text{Ca}_{1.5}[\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32}] 12\text{H}_2\text{O}$	S4R
Zeolit Na-P-1	$\text{Na}_8[\text{Al}_{31}\text{SiO}_{16}] 16\text{H}_2\text{O}$	S4R
Kelompok Mordenit		
Mordenit	$\text{Na}_8[\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}] 24\text{H}_2\text{O}$	T ₈ O ₁₆ (5-1)
Ferrierit	$\text{NaCa}_{0.5}\text{Mg}_2[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}] 24 \text{H}_2\text{O}$	T ₈ O ₁₆
Kelompok Kabazit		
Kabazit	$\text{Ca}_2[\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24}] 13\text{H}_2\text{O}$	D4R,D6R
Zeolit L	$\text{K}_6\text{Na}_3[\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}] 21\text{H}_2\text{O}$	S6R
Kelompok Faujasit		
Faujasit	$\text{Na}_{12}\text{Ca}_{12}\text{Mg}_{11}[\text{Al}_{58}\text{Si}_{134}\text{O}_{384}] 235\text{H}_2\text{O}$	D4R,D6R
Zeolit A	$\text{Na}_{12}[\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}] 27\text{H}_2\text{O}$	D4R,D6R
Kelompok Laumontit		
Laumontit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{46}] 16\text{H}_2\text{O}$	S4R,S6R,S8R
Kelompok Pentasil		
ZSM-5	$\text{Na}_n[\text{Al}_n\text{Si}_{96}\text{O}_{192}] 16\text{H}_2\text{O}$	5-1
Kelompok Zeotype		
ALPO4-5	$[\text{Al}_{12} \text{P}_{12}\text{O}_{48}] (\text{C}_3\text{H}_7)_4\text{NOH } q \text{ H}_2\text{O}$	S4R,S6R

(Las dan Zamroni, 2002).

2.5.1. Zeolit Alam

Zeolit alam merupakan zeolit yang terbentuk melalui proses kimia dan fisika yang panjang dari berbagai jenis bebatuan, mengalami berbagai macam perubahan di alam. Ahli geokimia memperkirakan zeolit alam merupakan produk dari gunung berapi yang membeku dan menjadi bebatuan yang mengalami berbagai macam proses pelapukan karena pengaruh panas dapat membentuk mineral-mineral zeolit. Teori lain menyatakan zeolit berasal dari debu gunung berapi yang beterbangan dan mengendap di dasar danau ataupun di dasar lautan, dan mengalami berbagai macam perubahan oleh air sehingga membentuk suatu endapan atau sedimen yang mengandung mineral-mineral zeolit di dasar air tersebut (Lestari, 2010). Zeolit alam masih memiliki beberapa kelemahan seperti mengandung banyak pengotor logam, dan tingkat kristalinitas yang kurang baik. Keberadaan logam pengotor tersebut menyebabkan zeolit alam memiliki stabilitas termal rendah, ukuran pori yang tidak seragam dan aktivitas katalitik yang kurang baik, sehingga zeolit alam perlu dimodifikasi atau diaktivasi terlebih dahulu. Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan cara perlakuan asam, yaitu mereaksikan zeolit dengan larutan asam HCl, HF, dan NH_4Cl , HNO_3 , H_2SO_4 , dan H_3PO_4 . Selain menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada zeolit alam, proses aktivasi zeolit juga ditujukan untuk memodifikasi sifat zeolit alam seperti luas permukaan dan keasaman, yang diharapkan dapat meningkatkan aktivitas katalitik dari zeolit alam tersebut (Yuanita, 2010).

2.5.2. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik merupakan suatu jenis material berpori yang dibuat atau disintesis sedemikian rupa dengan rekayasa laboratorium untuk mendapatkan karakteristik unggul yang diinginkan seperti struktur kristal, ukuran pori-pori dan kerangka dari struktur zeolit itu sendiri (Singh and Jha, 2012). Prinsip utama yang mendasari pembuatan zeolit sintetik adalah dengan adanya kombinasi dari komponen antara

silika dan alumina yang disintesis menggunakan metode hidrotermal, *Steam-Assisted Conversion* (SAC), *Solid-State Crystallization* (SSC), sol-gel, dan solvotermal (Chen *et al.*, 2019). Terdapat berbagai jenis zeolit sintetis yang telah berhasil dibuat, dan dapat diklasifikasikan berdasarkan rasio molar Si/Al ditunjukkan pada Tabel 3. Salah satu jenis zeolit sintetis yang banyak disintesis dalam skala laboratorium saat ini adalah zeolit MOR yang memiliki perbandingan Si/Al 2-5, zeolit ini diketahui memiliki sifat stabil dan kegunaan yang beragam. Zeolit lain yang banyak disintesis saat ini adalah ZSM-5, dengan rasio Si/Al >10, zeolit ini dikenal karena memiliki kestabilan panas yang tinggi, banyaknya situs asam, tingkat selektivitas tinggi, dan sifat adsorpsi yang baik dan unggul (Jiang *et al.*, 2014).

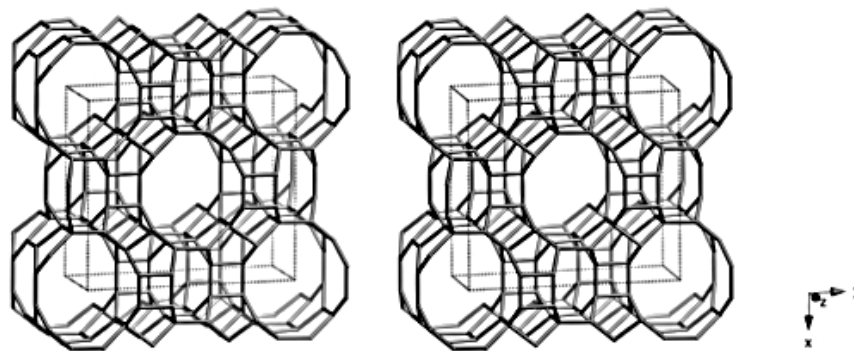
Tabel 3. Rasio molar Si/Al pada beberapa zeolit sintetis

Kelas Zeolit	Rasio Molar Si/Al	Zeolit	Metode	Referensi
Silika rendah	<2	Analsim (ANA)	Pertukaran ion	Lestari,2010
		Na-X (FAU), dan Na-A	Hidrotermal	Hu <i>et al.</i> ,2017
		Klinoptilolit	Hidrotermal	Wang, 2010
Silika sedang	2-5	Mordenit (MOR)	Pertukaran ion	Wang, 2010
Silika tinggi	>5	ZSM-5 MFI	Sol-Gel	Wang <i>et al.</i> , 2017
		Zeolit- β	Pertukaran ion	Wang <i>et al.</i> , 2017

2.6. Zeolit MOR

Mordenit (MOR) merupakan zeolit sintetis dengan rasio Si/Al 2-5. Zeolit MOR memiliki komposisi ideal $\text{Na}_8\text{A}_{18}\text{Si}_{40}\text{O}_{96} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan struktur *orthorombik* satu dimensi dari $a = 18.13 \text{ \AA}$, $b = 29.49 \text{ \AA}$, $c = 7.52 \text{ \AA}$. Zeolit MOR disusun atas dua saluran sistem yaitu saluran pori-pori *elips* (12-MR $6,7 \times 7,0 \text{ \AA}$) berseberangan dengan sumbu-c, saluran lain berseberangan dengan sumbu b (8-MR $2,6 \times 5,7 \text{ \AA}$) struktur dari zeolit MOR dapat dilihat pada Gambar 10 (Santos *et al.*, 2018). Pada MOR, terdapat cincin pertama yang beranggotakan 12 dengan diameter $7,5 \text{ \AA}$

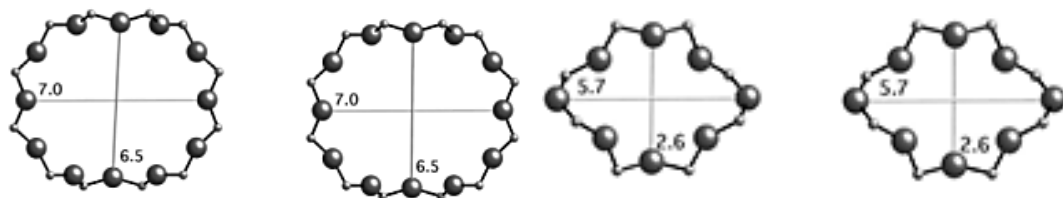
diklasifikasikan sebagai pori-pori besar, sedangkan cincin kedua beranggotakan 8 merupakan saluran yang sempit tegak lurus dari cincin pertama, memiliki pori-pori bukaan $3,4 \times 4,8 \text{ \AA}$, yang mampu membatasi difusi molekul berukuran besar dan memungkinkan lalu lintas molekul untuk satu dimensi (Santos *et al.*, 2018). Data zeolit mordenit ditunjukkan dalam Tabel 4.



Gambar 10. Kerangka struktur zeolit mordenit (MOR) (Santos *et al.*, 2008).

Tabel 4. Data kerangka struktur MOR

Parameter	Nilai
Komposisi kimia	$[\text{Na}_8^+ (\text{H}_2\text{O})_{24}] [\text{A}_{18}\text{Si}_{40}\text{O}_{96}]\text{-MOR}$
Unit sel	Orthorombik $a=18.1\text{\AA}$, $b=20.5\text{\AA}$, $c=7.5 \text{ \AA}$
Simetri	Ccm
Densitas kerangka	17,2 T/1000 \AA^3
Saluran/ <i>Channels</i>	12-MOR ($6.5 \times 7.0 \text{ \AA}$) \leftrightarrow 8-MOR ($3.4 \times 4.8 \text{ \AA}$) \leftrightarrow 8-MOR ($2.6 \times 5.7 \text{ \AA}$)

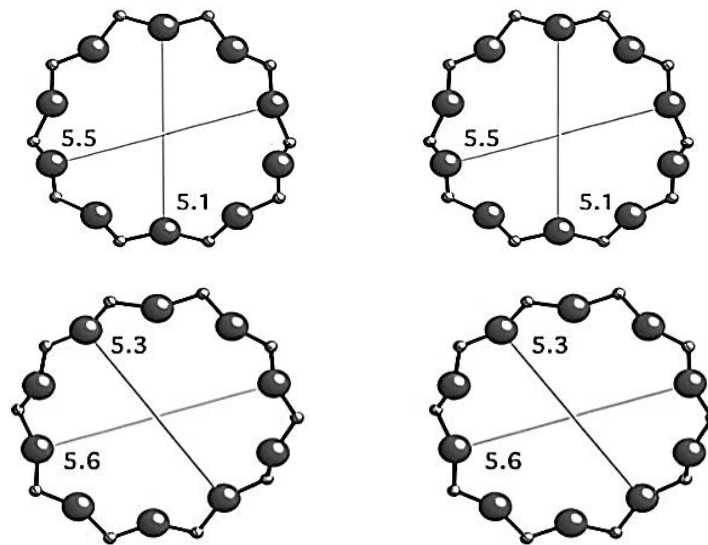


(Baerlocher *et al.*, 2001).

Zeolit mordenit berperan penting sebagai molekul penyaring (*molecular sieve*) yang terdapat dalam proses adsorpsi dan melibatkan komponen dengan sifat asam, akan tetapi seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan, zeolit jenis ini sekarang banyak digunakan sebagai katalis untuk berbagai bidang seperti dalam proses isomerisasi, *reforming*/pembentukan, *cracking*/pemecahan, hidrolisis, hingga pada reaksi alkilasi yang umum (Santos *et al.*, 2018).

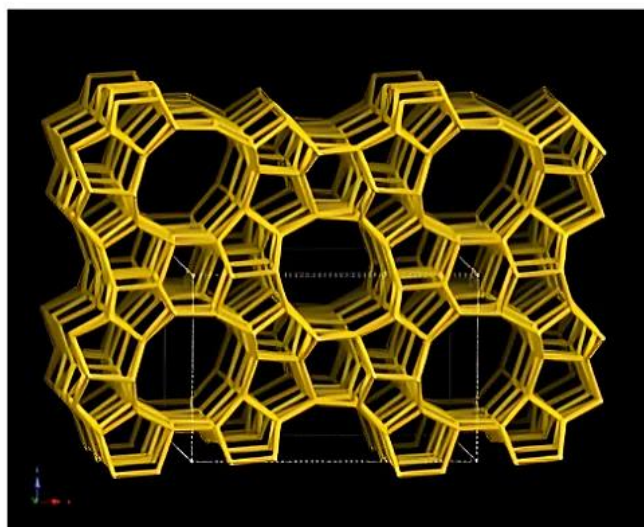
2.7. Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5)

Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5), merupakan salah satu zeolit yang memiliki rasio Si/Al tinggi yaitu; >10 , zeolit ini pertama kali disintesis oleh perusahaan Argauer dan Landolt dari Mobil Oil pada 1972, dan diakui oleh *International Zeolite Association* (IZA) untuk kategori zeolit dengan topologi kerangka *Mordenite Framework Invert* (MFI). Zeolit sintetis jenis ini merupakan katalis dengan kinerja terbaik dalam industri dengan aplikasi yang bervariasi, seperti isomerisasi xilena, alkilasi benzena, konversi metanol menjadi bensin, proses *Mobil/Badger*, dan pemecahan minyak bumi (Shirazi *et al.*, 2008). Struktur dari ZSM-5 tersusun atas 10-buah cincin atom oksigen (Gambar 11), dengan dua jenis sistem saluran dengan ukuran yang sama, yaitu saluran lurus ($5,3 \times 5,6 \text{ \AA}$) dan saluran sinusoidal ($5,1 \times 5,5 \text{ \AA}$). Kedua saluran pada ZSM-5 saling tegak lurus satu sama lain menghasilkan pertemuan atau persilangan dengan diameternya sebesar $8,9 \text{ \AA}$. Tingginya kandungan Si dan kandungan Al yang rendah pada ZSM-5 mengakibatkan kerangkanya bersifat hidrofobik. Zeolit ini dapat disintesis menggunakan ion positif (Na^+) yang menyeimbangkan kerangka bermuatan negatif. (Petushkov *et al.*, 2011). ZSM-5 merupakan zeolit dengan tipe kerangka (MFI)=[$\text{Na}_n(\text{H}_2\text{O})_{16}\text{AlnSi}_{96-n}\text{O}_{192}$]⁻ untuk $n < 27$, disintesis dengan variasi rasio Si/Al 10-100. Zeolit ini umum ditulis sebagai ZSM-5, dan secara spesifik ditulis sebagai Na-ZSM-5, NH_4 -ZSM-5, TPAZSM-5, H-ZSM-5 atau logam lainnya sebagai penanda yang menunjukkan situs asamnya (Abdullah *et al.*, 2013).



Gambar 11. Struktur cincin atom oksigen pada ZSM-5 dilihat dari [010] (a), dan struktur cincin atom oksigen pada ZSM-5 dilihat dari [100] (b) (Ruren *et al.*, 2007).

Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5) menjadi tipe zeolit yang memiliki lubang pada saluran permukaan strukturnya, terdapat struktur pori tiga dimensi yang unik, luas permukaan spesifik yang tinggi, selektivitas bentuk yang baik, tingginya stabilitas hidrotermal, dan kemampuan mempertahankan asam yang tinggi (Nugroho, 2017). Berdasarkan data yang dikeluarkan oleh IZA, topologi struktur dari zeolit tipe MFI ditunjukkan oleh Gambar 12, dan sifat-sifat yang dimiliki oleh zeolit bertipe kerangka MFI disajikan oleh Tabel 5.



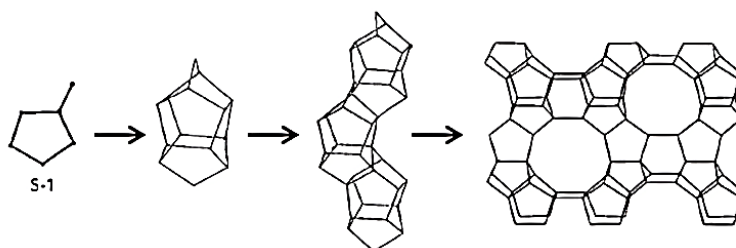
Gambar 12. Topologi kerangka zeolit tipe MFI (Nugroho, 2017).

Tabel 5. Data zeolit tipe kerangka MFI

Parameter	Nilai
Sistem Kristal	Orthorombik
Parameter Sel	$a = 20.0900^0 \text{ \AA}$ $b = 19.7380^0 \text{ \AA}$ $c = 13.1420^0 \text{ \AA}$ $\alpha = 90.000^0$ $\beta = 90.000^0$ $\gamma = 90.000^0$
Volume	5211.29 \AA^3
Densitas Kerangka/ <i>Framework Density</i> (FD_{Si})	$18.4T/1000 \text{ \AA}^3$
R_{DIS}	0,0020
Ukuran Cincin (# <i>T-atom</i>)	10 6 5 4
Sistem Saluran	3 Dimensi
Diameter Lingkaran Maksimal	Termasuk juga $6,36 \text{ \AA}$, yang dapat berdifusi sepanjang $a = 4,74 \text{ \AA}$ $b = 4,46 \text{ \AA}$ $c = 4,46 \text{ \AA}$
Akseibilitas Volume	9,8%
Unit Pembangunan Sekunder	5-1

(Nugroho, 2017; Ruren *et al.*, 2007).

Zeolit ZSM-5 dibangun atas unit $[5^8]$ dengan simetri D_{2d} yang terhubung melalui ikatan oksigen dengan lembaran sepuluh cincin membentuk suatu rantai pentasil. Lembaran-lembaran rantai pentasil yang saling terhubung tersebut kemudian membentuk kerangka tiga dimensi seperti ditunjukkan oleh Gambar 13.



Gambar 13. Proses pembentukan struktur ZSM-5 (Ruren *et al.*, 2007).

2.8. Aplikasi Zeolit

Struktur tetrahedral yang terdapat pada zeolit dihubungkan bersama untuk membentuk kerangka oleh bukaan pori dengan ukuran tertentu; tergantung pada tipe struktural, dan ukuran porinya berkisar dari sekitar 0,3-1 nm. Muatan negatif pada kisi dinetralkan oleh muatan positif kation yang terletak di dalam pori-pori material (Hartmann *et al.*, 2016). Keberadaan pori dalam zeolit berpengaruh pada sifat adsorpsinya, sehingga material ini banyak digunakan pada industri sebagai katalis untuk pemecahan, alkilasi *Friedl-Craft*, isomerisasi dan esterifikasi, karena memiliki kadar keasaman dan stabilitas hidrotermal yang tinggi dibandingkan dengan material mesoporous lain, seperti Al-MCM-41. Aplikasi lain dari zeolit adalah sebagai absorben, dan agen penukar ion. Selain itu, penggunaan lebih lanjut terhadap zeolit pun telah banyak dilakukan, seperti dalam material optik-elektronik (Kadja dkk., 2013; Bai *et al.*, 2019).

2.9. Sintesis Zeolit Metode Hidrotermal

Sintesis zeolit dengan skala laboratorium adalah prosedur yang perlu dilakukan dengan tingkat ketelitian tinggi untuk menghindari terjadinya kesalahan selama proses sintesis berlangsung, selain itu terdapat pula faktor-faktor yang dapat mempengaruhi hasil dari sintesis ZSM-5 diantaranya adalah;

1. Komposisi molar pereaksi

Berperan penting terhadap kristalinitas zeolit. Hal ini berkaitan dengan sumber prekursor dalam sintesis, rasio Si/Al yang digunakan, alkalinitas atau tingkat kebasaaan, jumlah H₂O, kation anorganik, dan penggunaan *template*.

2. Sumber Si dan Al

Sumber silikon yang umum dipergunakan dalam sintesis zeolit adalah silika koloid (LUDOX) HS-40, tetraetil orto silikat (TEOS), Cab-O-Sil (*fumed silica*), tetrametil orto-silikat (TMOS), dan natrium silikat (Na₂SiO₃). Karakteristik dari polisilikat akan berbeda dengan sumber silika yang lain. Pemilihan sumber silika ini akan mempengaruhi proses nukleasi dan kristalisasi pada zeolit,

masing-masing sumber silikon berpengaruh terhadap laju pengkristalan, ukuran kristal, dan distribusi ukuran partikel. Selain sumber silikon, sumber alumina berpengaruh terhadap laju pengkristalan zeolit. Sumber alumina yang umumnya digunakan adalah: natrium alumina (NaAlO_2), aluminium hidroksida (Al(OH)_3), *pseudo-boehmite* (AlO(OH)), aluminium foil, Al nitrat ($\text{Al(NO}_3)_3$), aluminium isopropoksida ($\text{C}_9\text{H}_{21}\text{AlO}_3$), aluminium sulfat ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), ataupun logam aluminium.

3. Rasio Si/Al

Berperan dalam menentukan struktur dan komposisi dari kristal produk. Zeolit yang disiapkan dengan perbandingan Si/Al yang rendah dengan alkali ($\text{Si/Al} \leq 5$) seperti zeolit X(FAU), A (LTU), atau hidroksisodalit (SOD), untuk zeolit yang disiapkan dengan rasio Si/Al tinggi ($\text{Si/Al} > 5$) seperti ZSM-11 (MEL) zeolit- β (BEA), dan MFI (MFI) dengan menggunakan sumber alkali lemah.

4. Alkalinitas

Alkalinitas berpengaruh terhadap rasio OH/Si serta rasio $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$. Sifat alkali yang tinggi akan meningkatkan kelarutan silika dan alumina, polimerisasi ion polisilikat dan alumina, induksi, pembentukan inti/nukleasi, dan kristalisasi. Tingkat kebasahan juga dapat mempengaruhi ukuran partikel dan morfologi dari zeolit hasil sintesis.

5. Jumlah molekul H_2O

Pada sintesis hidrotermal, jumlah molekul air yang digunakan sebagai pelarut sangat berpengaruh. Jumlah molekul air yang digunakan dalam larutan maupun campuran reaksi akan berpengaruh terhadap konsentrasi dari reaktan sehingga akan mempengaruhi proses kristalisasi zeolit.

6. Penggunaan kation anorganik

Kation anorganik dapat diperoleh dari dari basa hidroksida berupa logam alkali, seperti natrium hidroksida (NaOH) dan kalium hidroksida (KOH). Perbedaan penggunaan jenis basa alkali berpengaruh besar terhadap pembentukan unit kerangka penyusun zeolit, dan secara otomatis akan mempengaruhi jenis zeolit yang dihasilkan.

7. Penggunaan cetakan organik

Kation organik akan berperan sebagai agen pengarah pembentukan struktur spesifik zeolit (*structure directing agent /SDA*). Penambahan template organik menyebabkan terjadinya suatu interaksi pada campuran sintesis karena adanya gaya *Van der Waals*. Tingkat hidropobisitas dan hidrofilisitas dari ion organik, akan berpengaruh terhadap rasio Si/Al dalam sintesis zeolit (Jiri *et al.*, 2007).

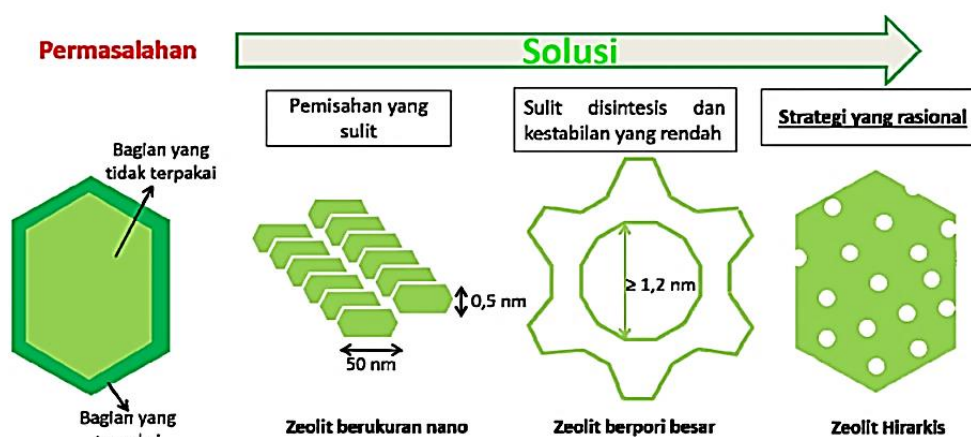
Baik zeolit MOR maupun ZSM-5 dapat disintesis dengan menggunakan sumber silika yang tersedia dalam berbagai merk (Ismail *et al.*, 2006). Sintesis secara hidrotermal berarti proses yang melibatkan pelarut air di dalamnya dengan kondisi suhu dan tekanan yang tinggi ($>100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $>1\text{ bar}$). Reaksi hidrotermal yang terjadi pada suhu tinggi ($>100\text{ }^{\circ}\text{C}$) mempunyai laju penguapan yang ekuivalen dengan laju kondensasi di dalam alat tefflon-autoklaf (Gambar 14). Campuran yang ada di dalam proses sintesis hidrotermal mengalami reaksi kondensasi melalui suatu pemecahan dan pembentukan ikatan baru antara atom Si, Al-O-Si, Al yang akan katalisis oleh ion hidroksil (OH^-) untuk menghasilkan ikatan penyusun material. Kondisi hidrotermal memiliki sifat spesifik, solvasi dalam tekanan tinggi, dan transport massa pelarut yang tinggi. Metode ini memiliki keunggulan yang baik untuk mendapatkan kristal tunggal yang lebih besar, lebih murni, terbebas dari dislokasi, dan dengan struktur yang terbuka (Jiri *et al.*, 2007).



Gambar 14. Teflon-autoklaf, alat yang dibutuhkan dalam sintesis zeolit (Jiri *et al.*, 2007).

2.10. Zeolit Pori Hirarkis

Berdasarkan keunggulan yang dimilikinya, zeolit MOR dan ZSM-5 menjadi salah satu jenis zeolit rekayasa yang paling banyak dimanfaatkan dalam mempercepat reaksi-reaksi kimia yang membutuhkan bantuan zeolit didalamnya, akan tetapi zeolit konvensional masih terbatas penggunaannya karena memiliki pori relatif sempit, yang menyulitkan komponen reaktan dengan ukuran molekul besar memasuki situs aktif zeolit selama proses transfer massa yang berpengaruh pada aktivitas katalitik (Hartmann *et al.*, 2016).



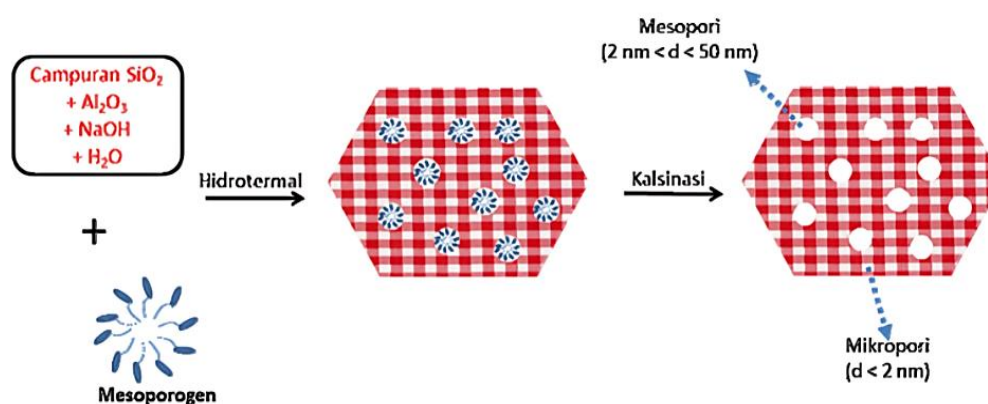
Gambar 15. Latar belakang sintesis zeolit pori hirarkis, sebagai solusi untuk mengatasi kelemahan zeolit konvensional (Kadja dkk., 2013).

Lebih lanjut, Kadja *et al.*, (2013) menjelaskan bahwa pada zeolit konvensional dengan ukuran pori mikro dapat menyebabkan molekul-molekul yang berukuran besar kesulitan untuk mencapai situs aktif bagian di dalam pori, sehingga sebagian besar proses katalisis hanya berlangsung di bagian permukaan zeolit. Selain itu, arang (*cokes*) yang banyak terjadi dan terbentuk dalam suatu reaksi petrokimia dapat menutup pori-pori zeolit yang dapat menurunkan aktivitas zeolit secara signifikan. Riset yang banyak dilakukan untuk menanggulangi permasalahan pada zeolit konvensional adalah dengan cara memperlebar ukuran pori-pori pada zeolit menjadi berukuran meso melalui penambahan pori, yang lebih memungkinkan molekul besar lebih mudah masuk ke dalam sistem pori, untuk dikatalisis, dan meninggalkan sistem pori kembali. Zeolit pori hirarkis berarti dalam satu jenis

zeolit sintetis terdapat paling tidak dua tingkat porositas di dalamnya. Ukuran pori sendiri dapat dikelompokkan menjadi tiga jenis utama yaitu; mikropori (< 2 nm), mesopori (2-50 nm), dan makropori (> 50 nm) (IUPAC, 1972), pada Gambar 15 terlihat bahwa sintesis zeolit hirarkis merupakan pendekatan yang rasional dalam hal mengatasi permasalahan yang sering ditemui pada zeolit-zeolit konvensional, karena zeolit hirarkis tidak memiliki kelemahan yang dijumpai pada dengan satu jenis pori saja (Kadja dkk., 2013).

2.11. Sintesis Pori Hirarkis

Sebagian besar metode sintesis zeolit pori-hirarki yang dikenal saat ini melibatkan penggunaan cetakan mesopori atau disebut mesoporogen, yang bertujuan untuk mengontrol pembentukan mesoporitas tambahan. Sintesis zeolit hirarki umumnya dilakukan melalui pendekatan metode cetak lunak, dan pendekatan metode cetak keras, dengan menggunakan mesoporogen yang berupa suatu kumpulan (*assembly*) beberapa jenis supramolekul seperti misel surfaktan maupun polimer (Gambar 16). Keuntungan misel surfaktan sebagai mesoporogen adalah struktur yang terbentuk dapat direkayasa dengan cara mengatur pemilihan surfaktan berdasarkan muatan, gugus fungsi, dan *packing parameter*. Metode ini sendiri mulai banyak digunakan sejak ditemukannya MCM-41, yaitu material silika dengan mesopori yang teratur, oleh peneliti *Mobil Oil* (Kadja dkk., 2013; Kresge *et al.*, 1992).



Gambar 16. Skema sintesis zeolit pori hirarkis dengan metode cetak lunak (Kadja dkk., 2013).

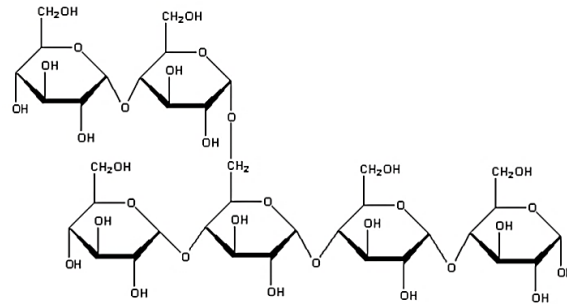
Metode cetak keras (*hard templating*) dilakukan melalui penambahan material padat yang memiliki struktur kaku dan keras ke dalam gel zeolit, zat padat inilah yang bertindak sebagai mesoporogen selama proses kristalisasi zeolit. Oleh karena sifatnya yang keras dan kaku, maka cetakan ini hanya mengalami interaksi secara fisik dengan material anorganik (He *et al.*, 2016). Salah satu cetakan keras yang banyak digunakan ialah material karbon nanopartikel, *nanotube*, nanofiber, dan karbon mesopori. Zeolit pori hirarki yang disintesis dengan menggunakan cetakan karbon memiliki karakteristik zeolit intrinsik dan distribusi ukuran mesopori yang baik, akan tetapi memiliki stabilitas panas dan interkonektivitas pori yang cukup rendah (Bai *et al.*, 2019). Dalam publikasinya Kerstens *et al.*, (2020) menuliskan bahwa penggunaan cetakan karbon yang membutuhkan biaya yang relatif besar dan mengkonsumsi energi yang cukup tinggi selama proses penghilangan atau karbonisasi yang berpotensi pada habisnya produk sintesis, karena sifat karbon yang sangat hidrofobik.

2.12. Renewable Bio-Mesoporogen

Beberapa penelitian yang telah dilakukan selama beberapa tahun terakhir dalam melakukan sintesis material zeolit telah mencoba menggantikan mesoporogen sintetik adalah dengan cara menggunakan bio-mesoporogen, yang umum berasal dari bahan alam dengan sifat ramah lingkungan, mudah didapat, dan murah.

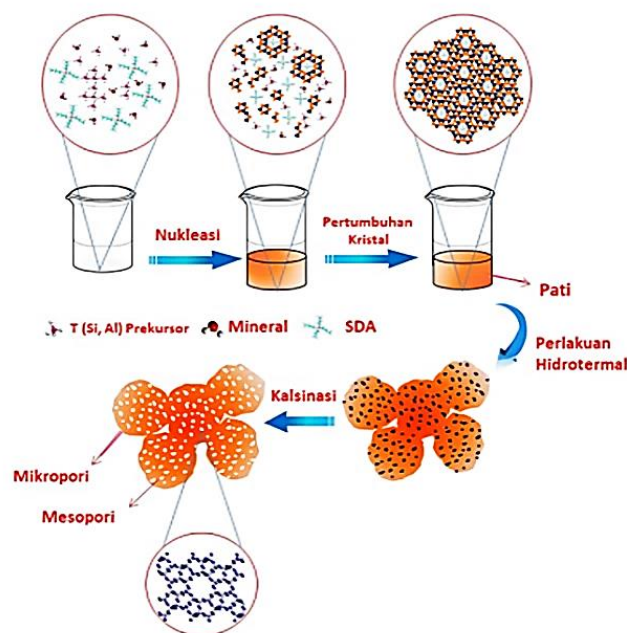
2.12.1. Pati

Pati (Gambar 17) merupakan polisakarida utama yang terdapat pada tumbuhan. Pati memiliki ukuran partikel berkisar 0,1-200 μm berbentuk granula-granula (butiran), dengan struktur semi-kristalin dengan kristalinitas bervariasi dari 5 hingga 45% dimana pati tersusun atas dua polimer amilosa dan amilopektin.



Gambar 17. Struktur molekul pati (Cornejo *et al.*, 2018)

Amilosa merupakan polisakarida rantai linier dengan berat molekul $1,03-4,89 \times 10^5$ Da, polimer ini tersusun dari glukosa sebagai monomer, amilosa terhubung melalui ikatan α 1-4-glikosidik. Amilopektin merupakan polisakarida dengan berat molekul $7,08-9,88 \times 10^7$ Da, dan memiliki rantai bercabang yang terbentuk dari ikatan α 1-6-glikosidik (Cornejo *et al.*, 2018). Penggunaan pati sebagai suatu mesoprogen dinilai lebih menguntungkan dibandingkan material karbon, karena harganya relatif murah, dan mudah diperoleh. Struktur kompleks pada pati yang kaya akan gugus hidroksil memudahkannya untuk terdispersi ke dalam larutan sintesis, dimana gugus hidroksil pada pati berinteraksi dengan gugus hidroksil pada zeolit melalui ikatan hidrogen, sehingga dapat diperoleh pori berukuran meso pada zeolit seperti ditunjukkan oleh Gambar 18 (Wang *et al.*, 2011).



Gambar 18. Skema pembentukan mesopori pada zeolit menggunakan bio-mesoprogen pati (Kadja dkk., 2013).

2.12.2. Tepung Tapioka

Pati merupakan bagian terbesar dari tepung, berupa butiran atau granula berwarna putih mengkilat, tidak mempunyai bau dan rasa. Granula tersebut tersusun atas lapisan-lapisan tipis yang berupa susunan-susunan melingkar dari molekul pati. Pati dihasilkan sebagai granula dalam sebagian besar sel tanaman, salah satunya adalah kentang, padi, singkong dan jagung (Charles, 2005). Tanaman singkong (*Manihot esculenta* Crantz), merupakan salah satu hasil pertanian terbesar di Indonesia, dan dimanfaatkan secara masif sebagai sumber karbohidrat dengan cara dikonsumsi langsung dengan perebusan, atau diolah menjadi suatu produk untuk berbagai macam keperluan antara lain industri makanan, industri tekstil, industri kertas dan untuk pembuatan energi alternatif terbarukan, sebagai bahan baku industri pangan yang salah satu bentuk pengolahannya adalah tepung pati singkong atau tapioka (Abera, 2003).

Komponen kimia terbesar dalam singkong adalah karbohidrat dengan presentase sebesar 80-83% per 100 g tepung tapioka yang sebagian besar berisi pati. Pati tapioka mengandung amilosa sekitar 30-33% dan amilopektin sekitar 50-56% sedangkan komponen-komponen minor lainnya yang terkandung dalam tepung tapioka berupa protein, air, abu dan lemak atau lipid dengan jumlah berkisar antara <30% untuk tepung tapioka yang dibuat dari singkong dengan varietas berbeda yang disajikan pada Tabel 6 (Chaorenkul *et al.*, 2011; Wijayanti 2021).

Tabel 6. Presentase komponen mayor dan minor dalam tepung tapioka

Komponen	Varietas Singkong				
	Thailand	Kasetsar	Pucuk Biru	Faroka	Adira-4
Pati	86,55%	82,62%	80,16%	80,20%	81,19%
Air	14,22%	12,24%	14,69%	13,18%	13,63%
Lemak/lipid	0,76%	0,33%	0,53%	0,51%	0,56%
Kadar abu	0,19%	0,12%	0,15%	0,14%	0,11%
Protein	0,13%	0,15%	0,10%	0,10%	0,10%

(Chaorenkul *et al.*, 2011; Wijayanti, 2021).

Tinggi rendahnya pati dalam tepung tapioka sangat dipengaruhi oleh berbagai hal mulai dari varietas umbi, proses produksi, dan usia umbi yang digunakan selama produksi. Penelitian yang dilakukan Abera (2003) menyatakan adanya hubungan antara usia umbi yang digunakan pada proses produksi tepung, dimana semakin tua usia suatu umbi-umbian, maka semakin keras teksturnya karena kandungan pati yang semakin meningkat, kandungan pati kemudian akan semakin menurun dengan kurun waktu berbeda pada setiap varietas umbi apabila telah berusia terlalu tua, dikarenakan kandungan seratnya yang terus meningkat.

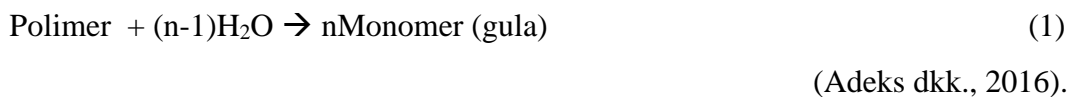
2.13. Katalis

Katalis diperkenalkan pertama kali oleh Baron J. J. Berzelius dan didefinisikan sebagai suatu zat atau substansi yang mampu mempercepat reaksi kimia dengan cara menurunkan energi aktivasi (E_a) pada sistem reaksi tanpa merubah konstanta reaksi. Secara garis besar, katalis berfungsi sebagai: (1) substansi pemacu laju reaksi (2) substansi dengan kemampuan selektivitas dalam mengarahkan reaksi untuk menghasilkan produk tertentu (3) substansi yang dapat menekan faktor-faktor terjadinya deaktivasi katalis (Deutschman *et al.*, 2009). Katalis yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah zeolit MOR dan ZSM-5 termodifikasi pori, yang akan diujikan dan dilihat keefektifitasannya dalam reaksi hidrolisis selulosa.

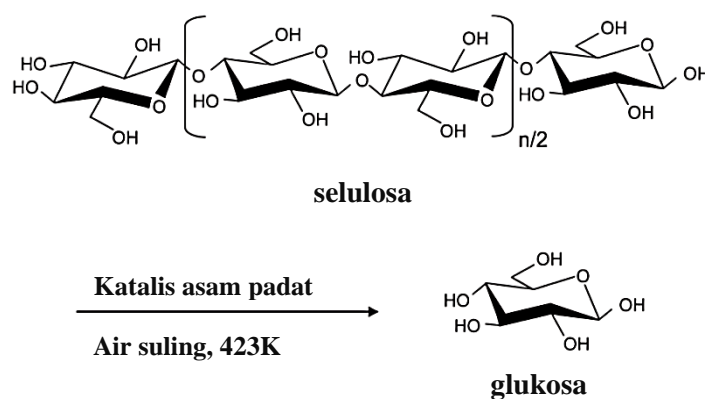
2.13.1. Zeolit sebagai Katalis Asam-Padat dalam Reaksi Hidrolisis Selulosa

Hidrolisis merupakan reaksi pemecahan molekul besar menjadi molekul-molekul penyusunnya. Reaksi hidrolisis dapat terjadi pada sebagian polimer, termasuk beberapa polisakarida, salah satunya adalah reaksi hidrolisis selulosa, pemecahan yang terjadi di dalam reaksi hidrolisis adalah akibat dari pengikatan moleku air, yang menghasilkan molekul berukuran lebih kecil, laju reaksi pada hidrolisis ini terjadi antara molekul air dengan komponen organik berlangsung sangat lambat pada kondisi normal, sehingga memerlukan bantuan katalis (Adeks dkk., 2016).

Secara umum reaksi hidrolisis untuk suatu polimer gula menjadi suatu monomer glukosa dapat dilihat pada Persamaan 1 sebagai berikut;



Dalam hidrolisis selulosa menjadi glukosa, terdapat beberapa parameter yang mempengaruhi jalannya reaksi ini, seperti suhu, waktu, penambahan katalis asam padat, dan konsentrasi sumber selulosa (Onda *et al.*, 2008). Alur hidrolisis dari polimer gula ditunjukkan oleh Gambar 19.

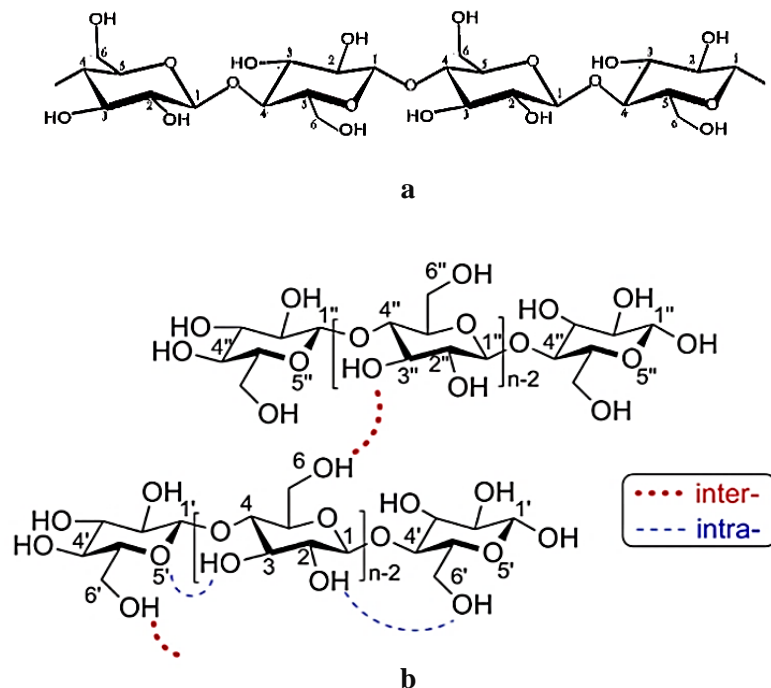


Gambar 19. Hidrolisis selulosa menjadi glukosa dengan penambahan katalis asam padat (Onda *et al.*, 2008).

Reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa merupakan langkah awal memasuki bidang *biorefinery* dengan menjadikan selulosa sebagai bahan baku yang disukai dalam reaksi hidrolisis dikarenakan kelimpahannya di alam, dan mudah dalam reaksi pengubahannya, melalui beberapa penelitian yang dilakukan belakangan ini mencoba mencari solusi dalam mempercepat reaksi hidrolisis selulosa ini, salah satunya yang dilakukan oleh Onda *et al.*, (2008) dan penelitian Chen *et al.*, (2018) melaporkan bahwa zeolit dalam bentuk-H yang berbeda, seperti H-ZSM-5, H-MOR, dan H-beta pori hirarki dapat digunakan untuk hidrolisis selulosa dalam air, dengan aktivitas yang jauh lebih tinggi dibandingkan dengan katalis karbon aktif tersulfonasi.

2.13.2. Selulosa

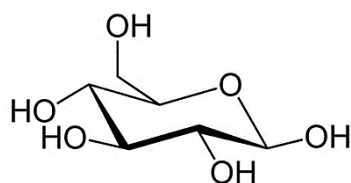
Selulosa merupakan suatu homopolimer berantai lurus yang dapat ditemukan dengan kelimpahan yang besar di alam, dan terkandung dalam berbagai jenis tanaman, selulosa memiliki penampilan berupa serat berwarna putih, struktur selulosa dihubungkan melalui ikatan 1,4- β -glikosidik, senyawa ini tidak larut dalam air maupun pelarut organik, melainkan hanya dapat terlarut dalam pelarut ionik, dan tidak dapat diproses secara termal atau menggunakan panas karena akan terdegradasi sebelum meleleh (Widya *dkk.*, 2019). Molekul lurus selulosa tersusun rata-rata sebanyak 5000 unit monosakarida dapat beragregasi membentuk suatu fibril yang terikat melalui ikatan hidrogen intermolekuler dan intramolekuler yang terjadi di antara hidroksil pada rantai-rantai di sebelahnya (Liu *et al.*, 2015). Struktur dari selulosa, dan skema ikatan intramolekul dan antar molekul pada selulosa dapat dilihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Struktur molekul selulosa (a) dan skema ikatan intermolekul, dan intramolekul hidrogen dalam selulosa (b) (Liu, 2015).

2.13.3. Glukosa

Glukosa merupakan suatu unit monosakarida dengan rumus molekul $C_6H_{12}O_6$ (Mr:180,18 g/mol), monosakarida ini memiliki kelimpahan yang besar di alam, dan banyak dijumpai pada tumbuhan, buah-buahan. Glukosa dimanfaatkan dalam berbagai macam bidang termasuk secara komersial sebagai zat aditif pada pangan. Bentuk dari glukosa ialah suatu aldehida polihidroksi yang memiliki lima buah atom karbon dan satu oksigen yang membentuk piranosa, dengan bentuk paling stabil untuk suatu aldosa adalah senyawa dengan enam atom karbon, yang dapat dilihat pada Gambar 21 (Huang *and* Fu, 2013).



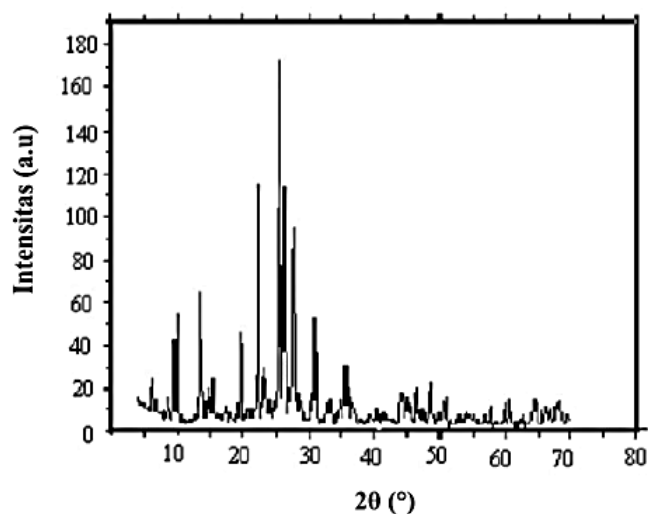
Gambar 21. Struktur molekul glukosa (Huang *and* Fu, 2013).

2.14. Instrumen Karakterisasi

Beberapa jenis karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini antara lain adalah: *X-Ray Diffraction (XRD) Bruker D8 Discover diffractometer* yang digunakan untuk mengkonfirmasi terbentuk atau tidaknya zeolit MOR dan ZSM-5, *Surface Area Analyzer (SAA) Quantachrome® QuadraSorb IQ* yang digunakan untuk menentukan luas permukaan dan distribusi ukuran pori dari zeolit MOR dan ZSM-5, metode 3,5-dinitrosalisilat (DNS) dengan analisis Spektrofotometri Ultralembayung-sinar tampak *Agilent Technologies® Carry-100 dual cuvet* yang digunakan untuk menentukan keberadaan gula pereduksi (glukosa) yang diperoleh dari hasil konversi selulosa.

2.14.1. Karakterisasi Zeolit: *X-Ray Diffraction (XRD)*

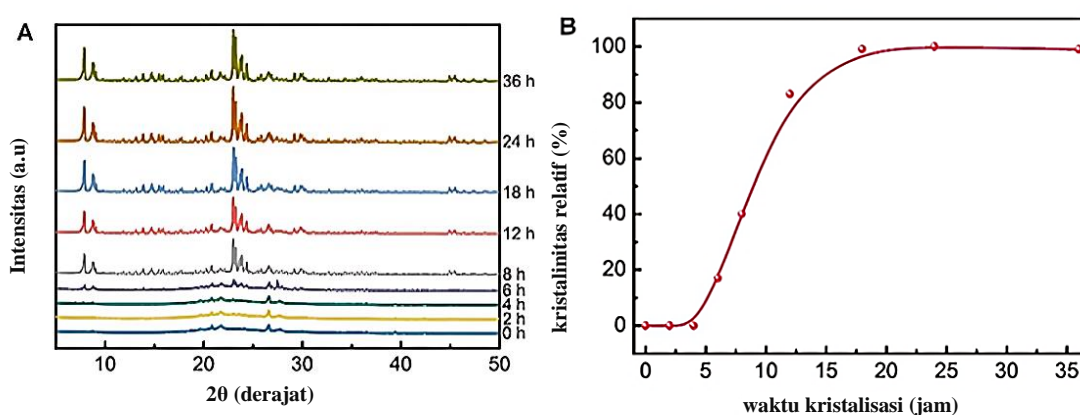
X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode karakterisasi yang umum digunakan untuk mengetahui ciri-ciri kristal, meliputi parameter kisi, struktur, dan susunan berbagai jenis atom di dalam kristal. Prinsip karakterisasi difraktometer sinar-X didasarkan adanya pola difraksi dari paduan atau senyawa yang dihasilkan proses difraksi. Ukuran panjang gelombang sinar-X harus mendekati jauh dengan jarak antar atom di dalam kristal, sehingga pola berulang dari kisi kristal akan berfungsi seperti kisi difraksi gelombang sinar-X (Callister and David, 2018). Analisis XRD pada zeolit MOR dan ZSM-5 bertujuan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dan amorf dari zeolit MOR dan ZSM-5 baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Penelitian yang dilakukan oleh Ally *et al.*, (2012) berhasil melakukan sintesis zeolit MOR tanpa penggunaan template organik, dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 22.



Gambar 22. Difraktogram zeolit MOR yang disintesis tanpa templat organik (Ally *et al.*, 2012).

Dapat dilihat pada Gambar 22 bahwa pola difraksi sinar-X dari zeolit MOR hasil sintesis tanpa templat organik. Pola difraksi zeolit MOR di atas sesuai dengan pola difraksi standar yang dijadikan sebagai acuan zeolit MOR dengan puncak-puncak karakteristik sudut 2θ sebesar; 6.5 9.8, 13.4, 23.2, 27.1, 31.1, 36.4 dan 37° (Aly *et al.*, 2022; Gao *et al.*, 2019).

Penelitian lain yang telah dilakukan oleh Yue *et al.*, (2018), berhasil melakukan sintesis ZSM-5 secara hidrotermal, dengan variasi waktu antara 0-36 jam pada suhu 170 °C. Karakterisasi secara XRD menunjukkan pola difraktogram dari kristal ZSM-5 untuk interval waktu 0-4 jam belum terbentuk kristal zeolit, pada variasi waktu 6 jam muncul puncak karakteristik MFI pada 2θ 8.0, 9.0, 14.8, 22.9, 24 dan 29.8° dengan intensitas rendah, yang mengindikasikan bahwa inti kristal ZSM-5 baru mulai terbentuk, sedangkan pada variasi waktu 18 jam diperoleh ZSM-5 dengan kristalinitas yang tinggi, seperti ditunjukkan oleh Gambar 23.



Gambar 23. Pola XRD dari ZSM-5 yang disintesis pada periode waktu kristalisasi yang berbeda (a) dan kurva kinetik kristalisasi (b)

2.14.2. Karakterisasi Zeolit: *Surface Area Analyzer (SAA) Metode Brunauer-Emmet-Teller (BET)*

Luas permukaan merupakan faktor terpenting yang menentukan kemampuan absorpsi dari suatu material, menurut ukurannya luas permukaan dapat dibagi menjadi; luas permukaan eksternal yang berukuran makroskopik meliputi bagian permukaan luar bahan, dan luas permukaan internal berukuran mikroskopik yang terdiri atas pori-pori kecil, celah, dan rongga pada padatan. Luas permukaan suatu material dapat ditentukan dengan menggunakan instrument *Surface Area Analyzer (SAA)* dan dihitung dengan menggunakan metode *Brunauer-Emmet-Teller (BET)* pada Persamaan 2.

$$\frac{1}{W\left[\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right]} = \frac{1}{W_m C} + \left[\frac{C-1}{W_m C}\right] \frac{P}{P_0} \quad (2)$$

Keterangan;

W : Berat gas di adsorpsi (*adsorbed*) pada tekanan relatif P/P₀ (g)

W_m : Berat nitrogen (*adsorbed*) pada lapis tunggal (g)

P : Tekanan kesetimbangan adsorpsi (atm)

P₀ : Tekanan uap jenuh adsorpsi (atm)

P/P₀ : Tekanan relatif adsorpsi, dan C konstanta energi

Persamaan 2 metode BET apabila di plot-kan, maka akan membentuk suatu garis lurus untuk; 1/ [W (P/P₀ – 1)] vs P/P₀ (Aguado *et al.*, 2009).

Pengukuran luas permukaan suatu material dengan metode BET didasarkan oleh Persamaan 3.

$$St = \frac{W_m N a_{cs}}{M} \quad (3)$$

Keterangan

St : luas permukaan total (m²)

W_m : berat gas nitrogen (g)

M : berat molekul dari gas nitrogen (g/mol)

N : bilangan Avogadro (6,022 x 10²³)

Acs : luas molekul *cross sectional* gas nitrogen (16,2 Å)

Pengukuran luas permukaan spesifik dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 4.

$$S = \frac{St}{bc} \quad (4)$$

Keterangan;

S : luas permukaan spesifik (m^2/g)

St : luas permukaan total (m^2)

bc : berat cuplikan (g)

Volume gas yang teradsorpsi pada tekanan jenuh, atau volume total pori dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 5.

$$V\rho = \frac{Wa}{p} \quad (5)$$

Keterangan;

$V\rho$: volume total pori (cc), dan p adalah densitas nitrogen pada 77 K (g/cc)

Wa : berat nitrogen yang teradsorpsi pada $P/P_o = 0,99$ (g)

Perhitungan ukuran pori dapat dilakukan dengan cara mengasumsikan geometri pori yang memiliki bentuk silindris sehingga rata-rata jari-jari pori dihitung dari perbandingan volume total pori dan luas permukaan spesifik, sehingga ukuran pori dari suatu material dapat dihitung menggunakan Persamaan 6.

$$rp = \frac{2V\rho}{s} \quad (6)$$

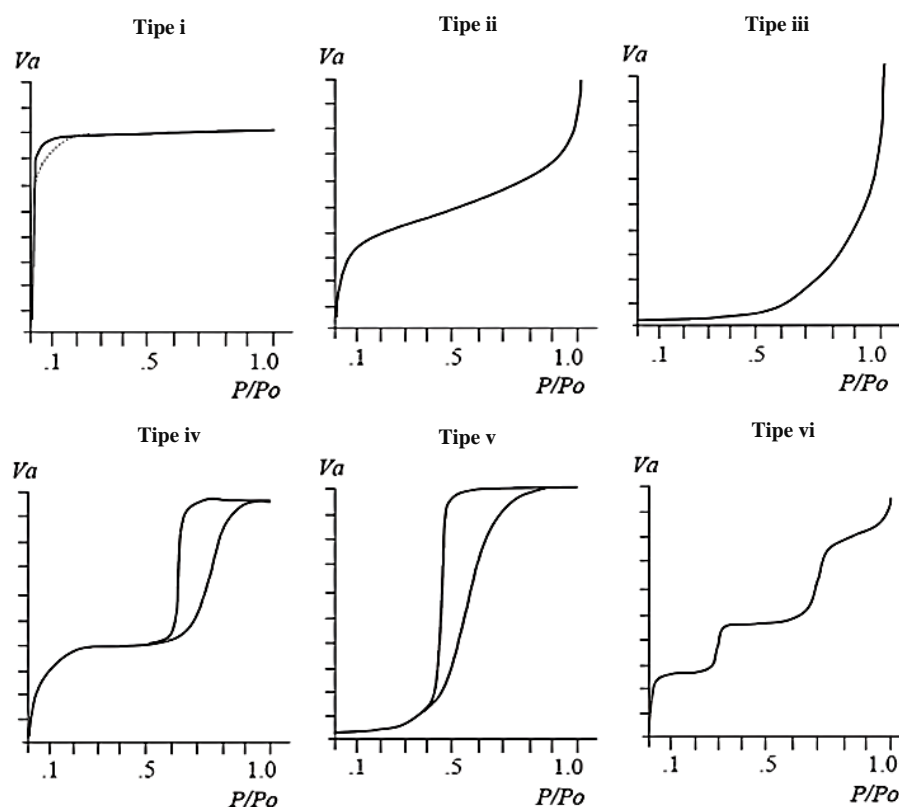
Keterangan;

rp : rata-rata jari-jari pori (m)

$V\rho$: volume total pori (cc)

S : luas permukaan spesifik (m^2)

Terdapat enam tipe adsorpsi isotermis yang dapat dihasilkan volume total gas adsorpsi (V_a) yang diplotkan sebagai fungsi P/P_o , hasil dari adsorpsi isotermis yang dikeluarkan oleh IUPAC (1972) tersebut dapat disajikan pada Gambar 24.

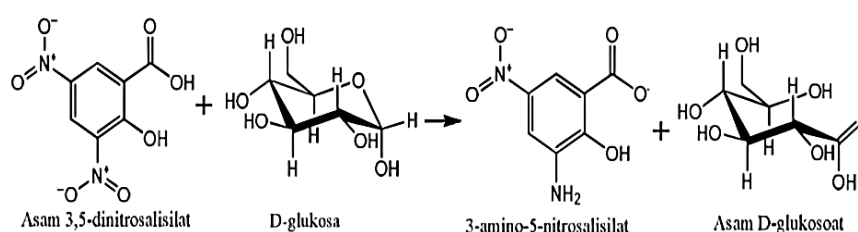


Gambar 24. Klasifikasi IUPAC untuk pola adsorpsi-desorpsi isotermik gas N_2 pada material (Thommes *et al.*, 2022).

Grafik yang ditunjukkan pada tipe I merupakan suatu karakteristik padatan mikropori seperti zeolit, dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi dan cepat. Tipe II menunjukkan adanya adsorpsi isotermis pada material atau bahan yang tidak berpori, sedangkan pada tipe III merupakan pola yang ditunjukkan oleh bahan dengan pori besar (makropori). Adanya adsorpsi isotermis pada tipe IV dapat ditunjukkan dengan adanya histerisis *loop* serta kenaikan grafik yang tinggi pada P/P_o , isotermis jenis ini umum dijumpai pada material dengan tipe pori menengah (mesopori) seperti silika gel. Pada tipe V menunjukkan adanya adsorpsi nitrogen yang rendah pada tekanan relatif rendah, mengindikasikan bahwa interaksi rendah antara adsorbat dengan adsorben. Isotermis tipe VI sangat jarang ditemukan, yang dapat dihasilkan oleh nitrogen yang diadsorpsi karbon (Sing, 1982; Aguado *et al.*, 2009).

2.14.3. Metode 3,5-dinitrosalisilat (DNS) dan Spektrofotometri Ultralembayung-Sinar Tampak

Metode DNS merupakan metode penentuan kadar gula pereduksi yang paling banyak digunakan, pada metode ini melibatkan penggunaan reagen dinitrosalisilat yang terdiri atas asam 3,5-dinitrosalisilat, NaOH, Na₂SO₃, Na-K-tartarat, fenol, dan akuades. Tingginya kadar gula pereduksi yang ada di dalam sampel, akan menyebabkan meningkatnya jumlah molekul asam 3-amino-5-nitrosalisilat yang terbentuk, dimana molekul ini memiliki kemampuan untuk menyerap radiasi gelombang pada panjang 540 nm, semakin banyak 3-amino-5-nitrosalisilat yang terbentuk, dapat meningkatkan absorbansi sampel tersebut. Reagen DNS dapat mengalami reaksi reduksi oksidasi dengan gula pereduksi, yang terjadi pada gugus aldehid gula dan teroksidasi menjadi gugus karboksil, Sementara itu, DNS sebagai oksidator tereduksi membentuk asam 3-amino-5-nitrosalisilat, yang berlangsung dalam suasana basa dengan suhu tinggi berkisar antara 90-100 °C. Keberadaan gula pereduksi yang mungkin terdapat dalam suatu sampel yang sedang diujikan menggunakan metode DNS diindikasikan dengan munculnya warna jingga kemerahan pada larutan, untuk reagen berwarna kuning (Adney *and* Baker, 1996). Reaksi yang terjadi antara gula pereduksi dan reagen DNS dapat dilihat pada Gambar 25.



Gambar 25. Reaksi reagen DNS dengan glukosa (Intramas *et al.*, 2018).

Spektrofotometer ultralembayung-sinar tampak (*Ultraviolet-Visible*) merupakan instrumen yang digunakan untuk mengukur transmittan atau absorbansi dari suatu sampel kedalam sebuah fungsi panjang gelombang. Instrumen ini dioperasikan menggunakan dua sumber cahaya yang berbeda yaitu cahaya dari lampu hidrogen atau deuterium dan sumber cahaya tampak dengan menggunakan lampu tungsten.

Prinsip kerja dari alat ini adalah adanya cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram dengan sifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke arah monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer untuk mengubah cahaya polikromatis tersebut kedalam bentuk cahaya monokromatis. Berkas panjang cahaya tersebut akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu, dan sebagian cahaya diserap sampel melalui peristiwa absorpsi, kemudian akan diterima detektor, dan dihitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif (Adney *and* Baker, 1996; Pratiwi *dkk.*, 2021)

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada April 2023-Agustus 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi sampel dengan menggunakan instrumentasi XRD yang dilakukan di Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), karakterisasi SAA metode BET dan metode BJH dilakukan di *Analytical and Instrumentation Laboratory*, Universitas Pembangunan Negeri Veteran (UPN Veteran Yogyakarta) Yogyakarta, DIY. Metode *Freeze-Dryng* selulosa dilakukan di Unit Pelaksana Teknis (UPT) Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT) Universitas Lampung, dan Spektrofotometer ultralembayung-sinar tampak (UV-Vis) dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Universitas Lampung.

3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca analitik (*Kern&Sohn GmbH ABT 449-35A*), oven *Heraeus 150-B*, *glassware PYREX®*, *DURANT®*, spatula logam, statif dan klem, termometer, loyang logam, *stirrer (Stuart CB 162)*, tanur/*furnace (Heraeus KR 170E)*, *spinbar* (ukuran kecil dan besar), batang pengaduk, cawan penguap, cawan krus, penjepit, kaca arloji, saringan 200 mesh, pH meter, indikator pH, tabung reaksi, pipet tetes, desikator, *mixer*, botol polipropilen, teflon-autoklaf, mortal-alu, instrumen XRD *Bruker® Instrumentation D8 Discover Diffractometer*, instrumen *Surface Area Analyzer*

(SAA) *Quantachrome*® *QuadraSorb IQ Series*, dan Spektrofotometer Ultralembayung-sinar tampak *Agilent Technologies*® Carry-100.

Bahan-bahan yang yang diperlukan dalam sintesis zeolit diantaranya akuades, silika komersial LUDOX® *ALDRICH* HS-40, tetrapropilammonium-bromida (TPABr), benih ZSM-5, NaOH pelet (*p.a/pro analyst*), NaOH teknis, Al(OH)₃, sumber pati berupa tepung tapioka, lateks dan kertas saring *Whatmann*® 40™. Sedangkan bahan-bahan yang diperlukan dalam uji aktivitas katalitik zeolit MOR dan ZSM-5 antara lain adalah kulit singkong, natrium hipoklorit (NaOCl), larutan ammonium nitrat (NH₄NO₃ 99%), kalsium karbonat (CaCO₃), asam sulfat pekat (H₂SO₄), dan pereaksi/reagen asam 3,5-dinitrosalisilat (DNS) 1%, *rochelle salt*/ Na-K-tartarat, fenol, Na-Metabisulfit (Na₂SO₃), dan *silicon oil (oilbath)*.

3.3. Prosedur Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa prosedur sintesis yaitu: 1. Sintesis zeolit MOR, dan ZSM-5 konvensional/non-hirarki sebagai variabel kontrol tanpa penambahan bio-mesoporogen tepung. 2. Sintesis zeolit MOR, dan ZSM-5 pori-hirarki melalui penambahan sebanyak 10% tepung tapioka terhadap jumlah silika. 3. Pengujian aktivitas katalitik zeolit asam (H-MOR, dan H-ZSM-5) terhadap reaksi hidrolisis selulosa kulit singkong menjadi glukosa.

3.3.1. Sintesis Zeolit MOR Metode Hidrotermal

Pada sintesis zeolit MOR digunakan sumber silika komersial LUDOX® *ALDRICH* HS-40 yang memiliki kemurnian tinggi. Perbandingan molar pereaksi yang digunakan dalam penelitian ini merujuk pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan Wang *et al.*, (2018) dan Lestari (2018). dengan komposisi yaitu; 1SiO₂ :0,229 NaOH :80 H₂O:0,03 NaAlO₂. Mordenit yang di sintesis dalam penelitian ini meliputi: 1. MOR konvensional/non-hirarki dan 2. MOR pori-hirarki melalui

penambahan 10% tepung tapioka dari berat silika. Perhitungan komposisi molar pereaksi dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Perhitungan komposisi molar pereaksi dalam sintesis zeolit mordenit

Bahan	ρ (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (25 mL)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	100	60,08	150	8.7868 g
Al(OH) ₃	-	100	78	7,176	0,3198 g
NaOH 50% (w/w)	1,515	50	40	18,347	1,1700 g
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	9,173	-
H ₂ O yang ditambahkan	-	-	18	530,83	24,7233 mL

Pertama-tama NaOH 50% (w/v) ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam botol propilena dan diaduk bersamaan dengan campuran silika dan akuades selama 45 menit. Botol propilena yang berisi campuran tersebut kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C, sembari diaduk selama 2 jam didalam wadah yang berisi *oil bath*. Gel yang didapat kemudian didinginkan pada suhu ruang dan diaduk selama 24 jam. Setelah 24 jam, gel yang terbentuk selanjutnya dimasukkan ke tefflon-autoklaf dan dipanaskan dalam oven selama kurun waktu 6 hari pada suhu 180 °C. *Crude* produk yang diperoleh pasca sintesis lalu dicuci menggunakan akuades. Padatan putih hasil sintesis dikeringkan selama 2 jam pada suhu 105 °C, kemudian dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 4-6 jam.

Dengan prosedur yang sama, dilakukan sintesis MOR menggunakan perhitungan komposisi molar seperti ditunjukkan pada Tabel 6. Sintesis MOR pori hirarki melibatkan adanya penambahan tepung tapioka sebanyak 10% yang dihitung dari berat silika digunakan. Tepung tapioka dicampurkan pasca larutan didinginkan dan diaduk kembali selama 24 jam, untuk kemudian disintesis dalam kondisi hidrotermal.

3.3.2. Sintesis ZSM-5 Metode Hidrotermal

Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit ZSM-5 metode hidrotermal, terdapat dua jenis sintesis: 1. Sintesis ZSM-5 non-hirarki 2. Sintesis ZSM-5 pori hirarki dengan penambahan tepung tapioka (10%) dari berat silika yang digunakan dalam sintesis sebagai pengarah pembentukan mesopori. Sintesis ZSM-5 pada penelitian ini diberi penambahan benih, bertujuan untuk memicu tumbuhnya kristal ZSM-5 sekaligus menggantikan fungsi cetakan organik dalam pertumbuhan kristal zeolit.

a) Sintesis Benih ZSM-5

Sintesis benih silikalit-1 dilakukan dengan metode konvensional menggunakan sumber silika komersil LUDOX[®] ALDRICH HS-40 dengan penambahan alumina yang berasal dari Al(OH)₃. Benih ZSM-5 dalam penelitian ini disintesis dengan menggunakan perbandingan molar pereaksi: 1SiO₂:0,229 NaOH:0,24 TPABr: 30 H₂O (Putri, 2021). Sintesis benih dilakukan dengan melibatkan penggunaan TPABr yang bertujuan untuk mengarahkan pembentukan kerangka kristal MFI, yang dapat dihilangkan pasca benih terbentuk dan melalui proses kalsinasi. Secara rinci komposisi molar dari masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 8.

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

Bahan	ρ (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (25 mL)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	100	60,08	150,000	7,6560 mL
NaOH 50% (w/w)	1,515	50	40	18,347	0,9364 g
TPABr	-	100	266,26	63,902	3,2616 g
Al(OH) ₃	-	100	78	9,672	0,4937 g
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	9,173	-
H ₂ O ditambahkan	-	-	18	530,83	27,0932 mL

Semua prekursor yang digunakan dalam proses sintesis benih ZSM-5 terlebih dahulu dimasukkan ke dalam botol propilena dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 1 jam. Gel yang terbentuk kemudian di sintesis secara hidrotermal dalam tefflon-autoklaf dalam oven pada suhu 170 °C selama 120 jam (Putri, 2021). *Crude* produk yang didapat kemudian disaring dan dibilas menggunakan akuades hingga pH netral yang bertujuan untuk menghilangkan sisa pengotor yang terdapat didalamnya. Produk akhir yang didapatkan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 90 °C selama 2 jam. Proses selanjutnya adalah, kalsinasi benih dilakukan pada 450-550 °C selama 6 jam, yang bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa templat organik TPABr seperti telah dibahas sebelumnya. Benih ZSM-5 yang diperoleh kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa kristal terbentuk, dan membuktikan terbentuk atau tidaknya benih ZSM-5 yang akan digunakan dalam sintesis ZSM-5.

b) Sintesis ZSM-5 Non-Hirarki

Proses sintesis ZSM-5 non-hirarki dalam penelitian ini dilakukan tanpa adanya penambahan tepung tapioka, proses kristalisasi zeolit dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan perbandingan komposisi molar sebagai berikut ini; 1SiO₂: 0,25 NaOH: 0,0667 Al₂O₃: 30 H₂O (Che *et al.*, 2019). Perhitungan rinci untuk komposisi molar pereaksi yang digunakan dapat disajikan oleh Tabel 9.

Tabel 9. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 tanpa bio-mesoporogen

Bahan	ρ (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (25 mL)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	100	60,08	-	8.3537 g
Al(OH) ₃	-	100	5,47	81.97	0.2193 g
NaOH 50% (w/w)	1,515	50	40	20	0.8021 g
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	10,00	-
H ₂ O yang ditambahkan	-	-	18	527,14	21.1406 mL

Pertama-tama NaOH 50% (w/w) ditimbang kemudian dimasukkan tetes demi tetes ke dalam botol polipropilen yang telah berisi campuran silika dan akuades kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Campuran tersebut kemudian dipindahkan ke dalam wadah *oilbath* untuk diaduk selama 1 jam hingga terbentuk gel pada suhu 80 °C. Gel yang terbentuk didinginkan pada suhu ruang dan ditambahkan benih ZSM-5 sebanyak 15% untuk dihomogenkan kembali, kemudian gel tersebut dimasukkan ke dalam wadah tefflon-autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal selama kurun waktu 6 hari pada suhu 180 °C. *crude* produk disentrifus selama ± 30 menit dan dicuci menggunakan akuades. Padatan hasil sintesis dikeringkan selama semalam menggunakan oven pada suhu 105 °C, kemudian padatan yang telah dikeringkan dikalsinasi menggunakan tanur pada suhu 450-550 °C selama 5 jam.

c) Sintesis ZSM-5 Pori-Hirarki

Proses sintesis ZSM-5 pori-hirarki berbasis silika komersil dalam penelitian ini dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan komposisi molar sebagai berikut ini: 1 SiO₂: 0,25 NaOH: 0,0667 Al₂O₃: 30 H₂O (Che *et al.*, 2019). Proses sintesis dilakukan dengan cara mempersiapkan prekursor yang dibuat ke dalam bentuk gel melalui perlakuan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Secara rinci, komposisi molar prekursor yang digunakan dalam penelitian ini dapat disajikan pada Tabel 10.

Tabel 10. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 pori-hirarki

Bahan	ρ (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (25 mL)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	100	60,08	-	8.3537 g
Al(OH) ₃	-	100	5,47	81.97	0.2193 g
NaOH 50% (w/w)	1,515	50	40	20	0.8021 g
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	10,00	-
H ₂ O yang ditambahkan	-	-	18	527,14	21.1406 mL

Pertama-tama, NaOH 50% (w/v) ditimbang dan dimasukkan ke dalam botol polipropilen, kemudian ditambahkan silika LUDOX dan akuades lalu diaduk selama 30 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Botol propilena yang berisi campuran reaktan selanjutnya dipanaskan pada suhu 80 °C dalam wadah yang berisi *oilbath* selama 1 jam. Larutan didalam botol propilena tersebut kemudian didinginkan pada suhu kamar dan tetap diaduk menggunakan *magnetic stirrer*, dan ditambahkan tepung tapioka, dan diaduk selama 24 jam. Gel yang terbentuk selanjutnya dimasukkan dalam tefflon-autoklaf dan disintesis pada suhu 180 °C. *Crude* produk hasil sintesis disaring dan dibilas dengan menggunakan akuades, selanjutnya padatan hasil sintesis dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105 °C, dan dikalsinasi pada suhu 450-550 °C selama 5 jam.

3.4. Karakterisasi Zeolit MOR dan ZSM-5

Zeolit ZSM-5 yang diperoleh melalui sintesis ini kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan analisis XRD untuk mengonfirmasi fasa kristal, dan kemurnian kristal yang terbentuk pasca sintesis, karakterisasi menggunakan metode BET dan metode BJH untuk mengetahui luas permukaan material hasil sintesis, serta digunakan untuk mengetahui ukuran pori pada zeolit MOR dan ZSM-5 dalam penelitian ini.

3.5. Uji Aktivitas Katalitik MOR dan ZSM-5 pada Reaksi Hidrolisis Selulosa

Mesoporositas yang dimiliki oleh zeolit telah menarik minat yang besar dalam proses hidrolisis biomassa karena kestabilan termal yang tinggi, mengurangi resiko hambatan difusi, dan selektivitasan yang baik. Dalam penelitian ini, dilakukan suatu uji untuk mengetahui kemampuan katalitik dari MOR dan ZSM-5 pori hirarkis sebagai katalis hidrolisis selulosa. Persiapan MOR dan ZSM-5 dilakukan dengan perlakuan basa, dari ZSM-5 induk dengan larutan basa NaOH 0,2 N (Chen *et al.*, 2018).

3.5.1. Persiapan Bahan Baku Kulit Singkong

Bahan baku kulit singkong yang digunakan untuk uji katalitik MOR dan ZSM-5 dalam reaksi hidrolisis selulosa ini disiapkan dengan cara membersihkan kulit singkong dari pengotor-pengotornya, kemudian kulit singkong dikupas terlebih dahulu, dan dikeringkan dengan cara dijemur dibawah terik matahari. Kulit singkong yang telah kering kemudian dihaluskan melalui penggilingan, dan di oven hingga kadar air yang terkandung di dalamnya <6%, kemudian diayak menggunakan ayakan (50-200 mesh) sampai diperoleh serbuk kulit singkong yang berwarna putih-gading (Intramas *et al.*, 2018).

3.5.2. Persiapan Katalis Asam H-MOR dan H-ZSM-5

Zeolit MOR yang disintesis tanpa bio-mesoporogen dan MOR yang disintesis dengan bio-mesoporogen kemudian diubah menjadi katalis asam-padat dengan metode *ion-exchange*. Reaksi pengubahan dilakukan dengan cara memasukkan sebanyak 1 g zeolit MOR ke dalam wadah *ion-exchange* kemudian ditambahkan sebanyak 100 mL larutan NH_4NO_3 1 M, dan diaduk selama 48 jam menggunakan *hotplate stirrer* dalam wadah berisi *oilbath* pada suhu 80 °C. Larutan NH_4NO_3 yang digunakan dalam proses *ion-exchange* perlu diganti selama selang waktu 24 jam. Hasil yang diperoleh kemudian disaring, dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 13 jam, dan dikalsinasi pada suhu 450-550 °C selama 5-6 jam, sehingga didapatkan hasil bubuk putih-kekuningan (Veses *et al.*, 2016).

Zeolit ZSM-5 non-hirarki dan ZSM-5 pori hirarki dapat dipersiapkan sebagai katalis asam-padat dengan menggunakan metode yang sama yaitu pertukaran ion (*ion-exchange*). Sebanyak 1 g ZSM-5 dimasukkan ke dalam botol propilena dan ditambahkan sebanyak 12 mL larutan NH_4NO_3 . Campuran tersebut kemudian diaduk selama 24 jam menggunakan *hotplate stirrer* dalam wadah *oilbath* pada temperatur 80 °C. Hasil yang diperoleh kemudian disaring, lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 13 jam. Produk kering lalu

dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 450-550 °C dalam kurun waktu 5-6 jam. Hasil akhir yang diperoleh dari proses *ion-exchange* berupa bubuk putih H-ZSM-5 (Intramas *et al.*, 2018).

3.5.3. Pre-Treatment H-MOR dan H-ZSM-5 Metode Mix-Milling

Pre-treatment metode *mix-milling* untuk katalis asam padat dilakukan dengan cara mencampurkan masing-masing sebanyak zeolit H-MOR H-ZSM-5 non-hirarki (tanpa penambahan tepung tapioka), dan zeolit H-ZSM-5 pori-hirarki (dengan penambahan tepung tapioka), dengan bubuk selulosa dari kulit singkong yang ditumbuk menggunakan mortar dan alu selama kurun waktu 24-31 jam dengan beberapa jeda waktu. Proses penumbukan antara katalis asam-padat dengan bubuk selulosa penting untuk dilakukan guna memaksimalkan interaksi antara katalis dengan molekul selulosa yang akan dikatalisis, selain itu proses *mix-milling* juga bertujuan untuk memberikan keseragaman ukuran molekul antara katalis dengan bubuk selulosa (Intramas *et al.*, 2018).

3.5.4. Uji Katalitik H-MOR dan H-ZSM-5 pada Reaksi Hidrolisis

Dalam penelitian ini dilakukan uji katalitik MOR dan ZSM-5 non-hirarki, dan pori-hirarki. Zeolit MOR dan ZSM-5 yang akan diujikan pada penelitian sudah terlebih dahulu dimodifikasi menjadi bentuk asam (katalis asam-padat) H-MOR dan H-ZSM-5 menggunakan metode *ion exchange*.

Pada uji katalitik, sebanyak 3 bagian katalis H-MOR dan H-ZSM-5 ditambahkan sebanyak 5 bagian tepung selulosa (3:5). Kedua campuran yang sudah homogen melalui pendekatan metode *mix-milling* kemudian dimasukkan kedalam teflon-autoklaf dan ditambahkan 5 mL akuades, reaksi hidrolisis dilakukan pada suhu 140 °C selama 3 jam. Setelah proses selesai larutan tersebut didinginkan dan dipisahkan dari endapannya menggunakan kertas saring. Filtrat yang didapatkan

kemudian digunakan untuk analisis kandungan glukosa menggunakan Spektrofotometri ultralembayung-sinar tampak, sisa endapan kemudian dihitung rendemennya menggunakan Persamaan 10.

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100\% \quad (10)$$

(Intramas *et al.*, 2018).

3.5.5. Penentuan Suhu Optimum Reaksi Hidrolisis

Merupakan titik dimana pada uji katalitik yang menghasilkan konsentrasi gula pereduksi tertinggi dan digunakan untuk menentukan waktu reaksi optimum dalam penelitian ini. Terdapat lima variasi untuk uji katalitik yang merupakan variasi terhadap suhu dengan menggunakan metode yang sama yang telah dilakukan oleh Intramas *et al.*, (2018). Adapun variasi suhu yang digunakan dalam penelitian ini adalah; 120, 130, 140, 150, dan 160 °C.

3.5.6. Penentuan Waktu Optimum Reaksi Hidrolisis

Penentuan waktu reaksi optimum ditentukan menggunakan suhu reaksi optimum diatas. Penelitian yang dilakukan Intramas *et al.*, (2018) variasi waktu yang digunakan adalah 3, 3,5, 4, 4,5 dan 5 jam. Kondisi optimum yang dari waktu reaksi digunakan dalam menentukan jumlah katalis optimum. Pada penelitian ini dilakukan uji katalitik ZSM-5 terhadap reaksi hidrolisis selulosa menggunakan metode yang sama seperti penelitian sebelumnya, dengan variasi waktu yaitu 2, 3, 4, 5 dan 6 jam.

3.5.7. Penentuan Jumlah Katalis Optimum Reaksi Hidrolisis

Jumlah katalis H-MOR dan H-ZSM-5 yang digunakan sebanyak 3 bagian zeolit untuk mengkatalisis sebanyak 5 bagian selulosa (3:5) seperti yang sudah dilaporkan oleh Intramas *et al.*, (2018). Konsentrasi gula pereduksi tertinggi yang diperoleh dilanjutkan dengan spektrofotometri ultralembayung-sinar tampak untuk mengetahui jumlah produk glukosa yang terbentuk. Pada penelitian ini dilakukan penentuan jumlah katalis optimum dengan variasi berat katalis; 1:5, 2:5, 3:5, 4:5, dan 5:5.

3.5.8. Analisis Gula Pereduksi

Hasil dalam uji katalitik ini perlu dianalisa untuk mengetahui konsentrasi glukosa optimum menggunakan spektrofotometri ultralembayung-sinar tampak untuk mengetahui serapan/absorbansi glukosa terdapat dalam filtrat. Instrumentasi *Agilent Technologies® Carry-100 dual cuvet*. Analisis gula pereduksi dilakukan dengan prosedur pengenceran. Sebanyak 1 mL filtrat hasil hidrolisis dalam penelitian ini direaksikan dengan 1 mL reagen DNS, dan 2 mL akuades, sampel dianalisis menggunakan spektrofotometri yang di setting pada panjang gelombang 540 nm (Wang *et al.*, 2019).

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut ini:

1. Dalam penelitian ini, telah berhasil diperoleh zeolit MOR dan ZSM-5 non-hirarki dan pori hirarki dengan penambahan bio-mesoporogen tepung tapioka. Hal ini dapat dibuktikan dengan adanya kesamaan pola difraksi sinar X yang diberikan untuk masing-masing zeolit.
2. Dalam penelitian ini, karakterisasi zeolit hasil sintesis dilakukan dengan cara membandingkan data standar (IZA) dengan zeolit hasil sintesis. Pada MOR non-hirarki, dan pori-hirarki telah terbentuk puncak khas yang muncul pada sudut 2θ : 6.6, 7.4, 8.6 dan puncak pada area 21-27°. Adapun indeks kristalinitas zeolit dalam penelitian ini sebesar 68% untuk MOR non-hirarki dan 67% untuk MOR pori-hirarki. Adapun ZSM-5 non-hirarki dan pori hirarki dalam penelitian dibandingkan menggunakan data standar IZA yaitu adanya puncak-puncak khas pada sudut 2θ : 7.4, 13,4 dan puncak yang muncul pada area 21-23, dengan indeks kristalinitas sebesar 67.2% untuk ZSM-5 non-hirarki, dan 62% untuk ZSM-5 pori-hirarki.
3. Karakterisasi dengan menggunakan SAA untuk zeolit dalam penelitian ini menunjukkan hasil bahwa baik MOR dan ZSM-5 non-hirarki dan pori-hirarki hasil sintesis telah berhasil disintesis dan memberikan grafik isotermik adsorpsi-desorpsi dengan kemunculan histerisis loop yang khas untuk senyawa dengan keberadaan mesopori didalamnya. Adapun luas permukaan yang didapatkan untuk MOR non-hirarki adalah sebesar 396,262 m²/g, sebesar

347,566 m²/g untuk MOR pori-pori hirarki, 388,0231 m²/g untuk ZSM-5 non-hirarki, dan 236,822 m²/g untuk ZSM-5 pori-hirarki.

Karakteristik pori yang diperoleh untuk zeolit hasil sintesis dalam penelitian ini dapat ditunjukkan oleh data NL-DFT yang memberikan hasil masing-masing zeolit hasil sintesis yaitu; sebesar 1,61 nm untuk MOR non-hirarki, 3,1 nm untuk MOR pori-hirarki, 1,7 nm untuk ZSM-5 non-hirarki, dan sebesar 2,8 nm untuk ZSM-5 pori-hirarki.

4. Pada uji aktivitas katalitik, diperoleh kondisi optimum reaksi hidrolisis dalam penelitian ini yaitu pada rasio (3:5) dengan konversi sebesar 70% untuk katalis H-MOR dan 67% untuk katalis H-ZSM-5.

5.2. Saran

Diharapkan pada penelitian selanjutnya, dilakukan kajian lebih lanjut mengenai konsentrasi bio-mesoporogen terhadap mekanisme pembentukan mesopori pada zeolit. Selain itu perlu dilakukan kajian lebih lanjut mengenai pengaruh bio-mesoporogen dalam sintesis zeolit vs tanpa penambahan bio-mesoporogen terhadap jenis pori dan bentuk kristal zeolit yang dibentuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Abera, S. Rakhsit. SK. 2003. Comparison of Physicochemical and Functional Properties of Cassava Starch Extracted from Fresh and Dry Root Chips. John Wiley and Sons Ltd. 55(1), 287-296.
- Adeks Pramana, A. R. R., dan Prismawiryanti. 2016. Hidrolisis Selulosa Dari Sekam Padi (*Oryza Sativa*) Menjadi Glukosa Dengan Katalis Arang Tersulfonasi. *Jurnal Riset Kimia*. 2(3), 61-66.
- Adney, B and Baker, J. 1996. Measurement of Cellulase Activities Laboratory Analytical Procedure (LAP). *National Renewable Energy Laboratory*. 1-11.
- Aguado, J., Serrano, D. P., Escola, J. M., and Peral, A. 2009. Catalytic Cracking of Polyethylene Over Zeolite Mordenite with Enhanced Textural Properties. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 85(1-2), 352-358.
- Ally, H.M., Moustafa, M.E., and Abdelrahman, E. A. 2012. Synthesis of Mordenite Zeolite in Absence of Organic Template. *Advanced Powder Technology*. 23(1). 757-760.
- Ammar, M., Jiang, S., and Ji, S. 2016. Heteropoly Acid Encapsulated into Zeolite Imidazolate Framework (ZIF-67) Cage as an Efficient Heterogeneous Catalyst for Friedel-Crafts Acylation. *Journal of Solid State Chemistry*. 2(233), 303-310.
- Bai, R., Song, Y., Li, Y., and Yu, J. 2019. Creating Hierarchical Pores in Zeolite Catalysts; A Review. *Trends in Chemistry*. 1(6), 601-611.
- Bailey, M.J., Biely, P., and Poutanen, K. 1992. Interlaboratory Testing of Methods for Assays of Xylanase Activity. *Journal of Biotechnol.* 2(23), 257-270.
- Barcheloer, C., Meier, W.M., and Olson, D.H., Atlas of Zeolite Framework Types: 5th Ed. Elsevier B.V. Amsterdam. 37-46.

- Barret, Elliot, P., Leslie, G. Joyner., and Paul, P. Halenda. 1951. The Determination of Pore Volume and Area Distributions in Porous Substances. Computations from Nitrogen Isotherm. Baugh and Sons Company Publishing. Mellon Institute. 498-502.
- Callister, W.D., and David, G.R. 2018. Materials Science and Engineering: An Introduction. Eighth Edition. John Wiley and Sons Ltd.
- Chaorenkul, N., Uttapap, D., Pathipanawat, W., and Takeda, Y. 2011. Physicochemical Characteristics of Starches and Flours from Cassava Varieties Having Different Cooked Root. *LWT. Foods Sciences and Technology*. 44(2), 1744-1788.
- Charles, AL., Chang, YH., Ko, WC., Shiroth, K., and Huang, TC. 2005. Influence of Amylopectin Structure and Amylose Content on the Gelling Properties of Five Cultivars of Cassava Starches. *Journal of Agricultural Foods Chemistry*. 53(7), 27-17.
- Che, Q., Yang, M., Wang, X., Yang, Q., Chen, Y., Chen, X., Chen, W., Hu, J., Zeng, K., Yang, H., and Chen, H. 2019. Bioresource Technology Preparation of Mesoporous ZSM-5 Catalysts Using Green Templates and Their Performance in Biomass Catalytic Pyrolysis. *Bioresources Technology*. 289(6), 121-729.
- Chen, T., Xiong, C., and Tao, Y. 2018. Enhanced Hydrolysis of Cellulose in Ionic Liquid Using Mesoporous ZSM-5. *Molecules*. 23(3), 1-10.
- Cornejo-Ramírez, Y. I., Martínez-Cruz, O., Del Toro-Sánchez, C. L., Wong-Corral, F. J., Borboa-Flores, J., and Cinco-Moroyoqui, F. J. 2018. The Structural Characteristics of Starches and their Functional Properties. *CYTA-Journal of Foods*. 16(1), 1003-1017.
- Cotton, F. A., and Geoffery, W. F. 1972. Advanced Inorganic Chemistry. Third Edition. John Willey and Sons Ltd. 543-555.
- Crha, T., and Pazourek, J. 2020. Rapid HPLC Method for Determination of Isomaltulose in the Presence of Glucose, Sucrose, and Maltodextrins. *MDPI Journal of Foods*. 1164(9), 1-20.
- Darajah, L. I., dan Kusumastuti, E. 2018. Modifikasi Zeolit A dengan Surfaktan HDTMA dan Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Nitrat. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 7(1), 1-8.
- Deutschman, O., Helmut, K., and Karl, K. 2009. Heterogeneous Catalysis and Solid Catalysts. Wiley VCH GmbH and CoKGaA. Germany. 100-123.

- Dipowardani, B. T., Sriatun, S., dan Taslimah, T. 2008. Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) sebagai Pencetak Pori. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*. 11(1), 20-28.
- Gao, Hu. T., Liu, W., Zhang, Y., and Meng, C. 2017. Synthesis of Zeolites Na-A and Na-X from Tablet Compressed and Calcinated Coal Fly-Ash . *Royal Society Open Sciences*. 4(17), 1-11.
- Greve, H., Otto, W. F., Heribert, A. G., Fred, B., Siegfried, P., Leopold, B., Horacio, E. B., William, O. B., and William, A. W. 2012. Silica. *Ullmann'S Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 31(2), 583-594.
- Hamidzadeh M. 2016. Seed-induced Synthesis of ZSM-5 Aggregates Using the Silicate-1 Composition. *Microporous and Mesoporous Materials*. 18(3), 1-39.
- Hardyanti, I. S., Nurani, I., Hardjono, H. P., Apriliani, E., dan Wibowo, E. P., 2017. Pemanfaatan Silika (SiO₂) dan Bentonit sebagai Adsorben Logam Berat Fe pada Limbah Batik. *Applied Chemistry*. 3(2), 37-41.
- Hartmann, M., Schwieger, W., and Martin, S. 2016. Catalytic Test Reaction for the Evaluation of Hierarchical Zeolite. *Chemical Society Reviews*. 45(1), 3313-3330.
- He, X., Ge, T., Hua, Z., Zhou, J., Lv, J., Zhou, J., Liu, Z., and Shi, J. 2016. Mesopore-Free Synthesis of Hierarchically Structured Zeolites with Variable Si/Al Ratios via a Steam-Assisted Crystallization Process. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 8(11), 7118-7124.
- Huang, Y. B., and Fu, Y. 2013. Hydrolysis of Cellulose to Glucose by Solid Acid Catalysts. *Green Chemistry*. 15(5), 1095-1111.
- Intramas, K., Woranart, J., Navadol, L., and Chularat, S. 2018. Selective Conversion of Cassava Mash to Glucose Using Solid Acid Catalysts by Sequential Solid State Mix-milling Reaction and Thermo-Hydrolysis. *Energy*. 149(1), 827-847.
- Iranmahboob, J., Nadim, F., and Monem, S. 2002. Optimized Acid-Hydrolysis : A Critical Step for Ethanol from Mixed Wood Chips. *Biomass and Bioenergy*. 22(3), 401-404.
- Ismail, A. A., Mohamed, R. M., Fouad, O. A., and Ibrahim, I. A. 2006. Synthesis of nanosized ZSM-5 using different alumina sources. *Crystal Research and Technology*. 41(2), 145-149.

- IUPAC. 1972. Manual of Symbols and Terminology for Physicochemical Quantities and Units, Appendix II: Definitions, Terminology and Symbols in Colloid and Surface Chemistry. *International Union of Pure and Applied Chemistry*. 31(7), 380-400.
- International Zeolites Association (IZA). 2023. Database for ZSM-5 and MOR Zeolites. *IZA*: <https://www.iza-structure.org/database>. Open Acces date: August 13rd 2023, 21:22.
- Javdani, A., Ahmadpour, J., and Yaripour, F. 2019. Nano-Sized ZSM-5 Zeolite Synthesized Via Seeding Technique for Methanol Conversions: A Review. *Microporous and Mesoporous Materials*. 284(1), 443-458.
- Jiang, J., Duanmu, C., Yang, Y., Gu, X., and Chen, J. 2014. Synthesis and Characterization of High Siliceous ZSM-5 Zeolite from Acid-Treated Palygorskite. *Microporous and Mesoporous Materials*. 25(1), 9-14.
- Jiri Cejka., Herman van B. A., and Corma, F. S. 2007. Introduction to Zeolite Molecular Sieves. Third Edition. Elsevier B.V. 233-237.
- Kadja, G. T. M., Mita, R., dan Nyoman, M. 2013. Strategi Sintesis Zeolit Hirarkis: Kajian Metode Cetak Lunak dan Cetak Keras. *Jurnal Matematika dan Sains*. 18(1), 103-110.
- Kadja, G.T.M., R. Mukti., Zhendong, L., Rilyanti, M., Ismunandar., Marsih, N., Ogura, M., Toru, W., and Tatsuya, O. 2016. Mesoprogen-free Synthesis of Hierarchically Porous ZSM-5 below 100 °C. *Microporous and Mesoporous Materials*. 1811(16), 1-16.
- Kerstens, D., Smeyers, B., Van Waeyenberg, J., 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), 1-47.
- Khopkar. 2008. Konsep Dasar Kimia Analitik. Universitas Indonesia. 293-295.
- Krebs, R. E. 2006. The History and Use of Our Earth's Elements: A Reference Guide. Second Edition. Greenwood Press. 192-194.
- Kresge C, T. Leonowicz M, E. Roth W, J. Vartuli J, C and Beck J, S. 1992. Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by Liquid-Crystal Template. *Microporous and Mesoporous Materials*. 11(2) 710-712.
- Krisentiana, M.S. 2022. Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Katalitik ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika Abu Ampas Tebu Termodifikasi Logam Ni pada Reaksi Hidrolisis Selulosa. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.

- Las, T., and Zamroni, H. 2002. Application of Zeolite in Industries and Environments. *Journal of Indonesian Zeolite*. 20(2),22-30.
- Lee, Y.H., and Fan, L.T. 1982. Kinetic Studies of Enzymatic Hydrolysis of Insoluble Cellulose: Analysis of The Initial Rates. *Biotechnology and Bioengineering*. 24(11), 2383-2406.
- Lestari, D. Y. 2010. Kajian Modifikasi Dan Karakterisasi Zeolit Alam Dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*. 1(1), 5-6.
- Lestari, D. M., Sudarmin., dan Hardjono. 2018. Ekstraksi Selulosa dari Limbah Pengolahan Agar Menggunakan Larutan NaOH Sebagai Prekursor Bioetanol. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 7(3), 237-241.
- Liu, H., Taylor, L. S., and Edgar, K. J. 2015. The Role Of Polymers In Oral Bioavailability Enhancement; A Review. *Polymer*. 77(1), 399-415.
- Madsen, C., and Jacobsen, C. J. H. (1999). Nanosized Zeolite Crystals Convenient Control of Crystal Size Distribution by Confined Space Synthesis. *Chemical Communications*. 8(1), 673-674.
- Masmur, B., Clairine., Mega, E.R., Teti, P.S., dan Elvry, M.S. 2020. Ethanol Production Comparison from Agricultural Waste of Cellulose Source within Hydrolysis HCl and Cellulose Enzyme. *Indonesian Journal Chemical and Science and Technology*. 5(2), 102-105.
- Nandan, D., Saxena, S. K., and Viswanadham, N. 2014. Synthesis of Hierarchical ZSM-5 Using Glucose as a Templating Precursor. *Journal of Materials Chemistry*. 1054-1059.
- Nayak, A., Pulidindi, I.N., and Rao, C.S. 2020. Novel Strategies for Glucose Production from Biomass Using Heteropoly Acid Catalyst. *Renewable Energy*. 159(215-220), 1-6.
- Nugroho, K. A. 2017. Pemanfaatan Zeolit ZSM-5 dalam Proses Peningkatan Mutu Kualitas Air. *Departement of Chemistry*. 1(1), 1-6.
- Oktavianus, F., R. Sigiros., dan Bustan, M.D. 2013. Pembuatan Bioetanol dari Batang Jarak Menggunakan Metode Hidrolisa dengan Katalis Asam Sulfat. *Jurnal Teknik Kimia*. 19(2), 27-32.
- Onda, A., Tafakumi, O., and Kazumichi, Y. 2008. Selective Hydrolysis of Cellulose into Glucose Over Solid Acid Catalyst. *Green Chemistry*. 10(2),1033-1037.

- Palmqvist, E., and Hahn-Hagerdal, B. 2000. Fermentation of Lignocellulosic Hydrolysates. II: Inhibitors and Mechanisms of Inhibition. *Bioresources Technology*. 12(74), 25-33.
- Pan, T., Zhijie, W., and Alex, C.K. 2019. Advances in Green Synthesis of Microporous and Hierarchical Zeolites: A Short Review. *Catalyst*. 9(2), 2-18.
- Paramitha, T., Saputra, T. R., Aliah, A. N., Tarigan, A. V., dan Ghozali, M. 2019. Karakterisasi Silika Dari Abu Ampas Tebu. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*. 5(3), 290-298.
- Petushkov, A., Yoon, S., and Larsen, S. C. 2011. Synthesis of Hierarchical Nanocrystalline ZSM-5 with Controlled Particle Size and Mesoporosity. *Microporous and Mesoporous Materials*. 137(1-3), 92-100.
- Pratiwi, R. A., Bayu, A., and Nandiyanto, D. 2021. How to Read and Interpret UV-VIS Spectrophotometric Results in Determining the Structure of Chemical Compounds. *Indonesian Journal of Educational Research and Technology*. 2(1), 1-20.
- Putri, M. T.Y. 2021. Sintesis H-ZSM-5 Dari Silika Abu Ampas Tebu (Bagasse) Menggunakan Metode Hidrotermal Dan Uji Katalitik Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Menjadi Biodiesel. Skripsi. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Rilyanti, M., Ella, G.S., Buhani., Kamisah, D.P., dan Ni Luh, 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), 45-56.
- Rilyanti, M. Mukti, R.R., Kadja, G.T.M., Ogura, M., Nur, H., Ng. E.P., 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.
- Rismawati, Y., Syaiful, B., dan Prismawiryanti. 2016. Produksi Glukosa dari Jerami Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Jamur *Tricoderma sp.* Kovalen. 2 (2), 67-69.
- Rohayati, Krisnandi, Y. K., and Sihombing, R. 2017. Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Bayat Natural Zeolite as Silica and Alumina Source. *AIP Conference Proceeding*. 1862, 5-10.
- Ruren, Xu., Chen, J., Qisheng, H., Wenqin, P., and Jihong, Yu. 2007. Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials: Synthesis and Structure. John Willey and Sons Ltd. 201-222.

- Safari, S., Idiawati, dan T.A. Zaharah. 2013. Efektivitas Campuran Enzim Selulase dari *Aspergillus niger* dan *Trichoderma reesei* dalam Menghidrolisis Substrat Sabut Kelapa. *Jurnal Teknik Kimia*. 2(1), 46-51.
- Santos, S.P., Almeida, C.N., Santos, I., Marques, F.M., and Fernandez, D.L. 2018. Synthesis and Characterization of Mesoporous Mordenite Zeolite Using Soft Templates. *Catalyst Letter*. 148(1), 1870-1878.
- Satterfield, C. N. 1991. Heterogenous Catalys in Industrial Practice. McGraw Hill Book Inc. New York. 87-129.
- Shirazi, L., Jamshidi, E., and Ghasemi, M. R. 2008. The Effect Of Si/Al Ratio Of ZSM-5 Zeolite On Its Morphology, Acidity And Crystal Size. *Crystal Research and Technology*. 43(12), 1300-1306.
- Sing, K. S. 1982. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of S. *Pure and Applied Chemistry*. 54(11), 2201-2218.
- Singh, Bhagwanjee. S., and Jha, D. N. 2012. Zeolitization Characteristics of Fly Ashes From Wet and Dry Disposal Systems. *Acta Geotechnica Slovenica*. 2(2), 63-71.
- Song, W., Justice, R. E., Jones, C. A., Grassian, V. A., and Larsen, S. C. 2004. Synthesis, Characterization, and Adsorption Properties of Nanocrystalline ZSM-5. *Langmuir*. 20, 8301-8306.
- Susi, N. K., dan Prasetyoko, D. 2008. Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 Mesoporous dengan Variasi Rasio SiO₂/Al₂O₃. *Journal of Indonesian Zeolite*. 7(2), 96-101.
- Szczodrak., and Fiedurek, J. 1996. Technology for Conversion of Lignocellulosic Biomass to Ethanol. *Biomass and Bioenergy*. 10(2), 367-375.
- Sze, S. M., and Lee, M. K. 2010. Semiconductor Book. Third Edition. John Willey and Sons Asian Pte.Ltd. 543-546.
- The, K.C., Foo, M.L., Ooi, C.W., and Chew, I.M.L. 2021. Sustainable and Cost-Effective Approach for The Synthesis of Lignin-Containing Cellulose Nanocrystal from Oil Palm Empty Fruit Bunch. *Chemosphere*. 267(1), 1-10.
- Unnikrishnan, R. S. G. 2019. Synthesis, Characterization and Evaluations of Micro/Mesoporous ZSM - 5 Zeolite Using Starch as Bio Template. *Applied Science*. 1(9), 1-13.
- Velaga, B., Doley, R., and Peela, N.R. 2021. Rapid Synthesis of Hierarchical ZSM-5 Zeolites for The Reactions Involving Larger Reactant Molecules. *Advanced Powder Technology*. 32(4), 1033-1046.

- Veses, A., Poertolas, B., Lopez, J.M., Callen, M.S., Solsona, B., and Garcia, T. 2016. Promoting Deoxygenation of Bio-Oil by Metal-Loaded Hierarchical ZSM-5. *Zeolites: ACS Sustainable Chemical and Engineering*. 1(1), 1-18.
- Vivaldo-Lima, E., and Enrique, S. G. 2013. Handbook of Polymer Synthesis, Characterization, and Processing. Saldívar-Guerra Edition. John Wiley and Sons Inc. 1221-1227.
- Wang, A., and Wang, W. 2009. Superabsorbent Materials. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. 12(1), 486-490.
- Wang, D., Li, X., Liu, Z., Zhang, Y., Xie, Z., and Tang, Y. 2010. Hierarchical Structured ZSM-5 Zeolite of Oriented Nanorods and its Performance in the Alkylation of Phenol with Isopropanol. *Journal of Colloid And Interface Science*. 350(1), 290-294.
- Wang, H., Du, G., Jia, J., Chen, S., Su, Z., Chen, R., and Chen, T. 2021. Hierarchically Porous Zeolites Synthesized With Carbon Materials as Templates. *Frontiers of Chemical Science and Engineering*. 5(15), 1444-1461.
- 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. *Journal of Colloids and Surfaces*. 340(1-3), 126-130.
- Wang, X., Xianhui, B., and Pinyun, F. 2011. Porous Inorganic Material. *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry*. John Wiley and Sons Ltd. 1-7.
- Widiarto, S., Yuwono, S.D., Rochliadi, A., and Arcana, M. 2017. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose from Agro-Industrial Waste Cassava-Peel. *IOP Conference Series: Material Science and Engineering*. 176(20), 67-78.
- Widya, F. dan Nanang, M. E. H. 2019. Selulosa; Karakteristik dan Pemanfaatannya. *LIPI*. LIPI Press.
- Wijayanti, Nanda R.A Wijayanti., dan Rahmadhia. S.R. 2021. Analisis Kadar Pati dan Impurities Tepung Tapioka. *Jurnal Teknologi Pangan dan Pertanian*. 16(2), 1-8.
- Yang, R. T. 2003. Adsorbent: Fundamentals and Applications. John Wiley and Sons Ltd. 20-43.
- Yuanita, D. dan Triono. 2010. Hidrogenasi Katalitik Metil Oleat Menggunakan Ni/Zeolit dan Reaktor Sistem Fixed-Bed. *Prosiding UNY*. 11-21.

- Yunita, I., Sulistyarningsih, T., dan Widiarti, N. 2019. Karakterisasi dan Uji Sifat Fisik Material Zeolit Modifikasi Magnetit sebagai Adsorben Ion Klorida dalam Larutan Berair. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 8(2), 6-11.
- Zhang, Y., Hu, L., Han, J., Jiang, Z., and Zhou, Y. 2021. Soluble Starch Scaffolds with Uniaxial Aligned Channel Structure for In Situ Synthesis of Hierarchically Porous Silica Ceramics. *Microporous and Mesoporous Materials*. 130(1-3), 327-332.
- Zhelin, W., Xuwei, J., Mao, P., and Yongmin, S. 2020. Nano-Scale Pore Structure and Its Multi-Fractal Characteristics of Tight Sandstone by N₂ Adsorption-Desorption Analysis. *Minerals*. 10(1), 377-398.
- Zhou, M., Rownaghi, A. A., and Hedlund, J. 2013. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite Crystals by Conventional Hydrothermal Treatment. *RSC Advances Publication*. 3(36), 196-199.