

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZSM-5 DAN MOR PORI HIRARKI
SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA**

(Skripsi)

Oleh

**Shilvia Putri
1917011009**



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

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZSM-5 DAN MOR PORI HIRARKI SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA

Oleh

SHILVIA PUTRI

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis ZSM-5 dan MOR pori hirarki dari silika LUDOX dengan memanfaatkan pati dari tepung tapioka sebagai biomesoporogen dan benih ZSM-5 sebagai pembentuk kerangka ZSM-5. Rangkaian tahap penelitian yang dilakukan yaitu, sintesis ZSM-5 dan MOR pori hirarki dengan dan tanpa biomesoporogen, pertukaran ion menjadi H-ZSM-5 dan H-MOR pori hirarki serta uji aktivitas katalitik pada reaksi hidrolisis. Karakterisasi ZSM-5 dan MOR dengan dan tanpa biomesoporogen menggunakan XRD dan BET. Karakterisasi XRD menunjukkan fasa kristalin dengan kristalinitas pada ZSM-5 dengan dan tanpa biomesoporogen masing-masing sebesar 59,25 dan 65,16%, sedangkan pada MOR masing-masing sebesar 64,2 dan 68,4%. ZSM-5 dan MOR pori hirarki memiliki distribusi ukuran pori masing-masing sebesar 3,6 dan 2,14 nm. Hasil uji katalitik menunjukkan kondisi reaksi optimum berada pada suhu 140°C selama 3 jam dengan rasio katalis/substrat 0,03:0,05 menggunakan katalis H-ZSM-5 dan H-MOR. Konversi hidrolisis selulosa tertinggi diperoleh menggunakan katalis H-ZSM-5 dan H-MOR pori hirarki yaitu sebesar 62,2 dan 48,8%.

Kata Kunci : Silika LUDOX, biomesoporogen, *ion exchange*, hidrolisis

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ZSM-5 AND HIERARCHICAL PORE MOR AS CATALYSTS IN THE CELLULOSE HYDROLYSIS REACTIONS

By

SHILVIA PUTRI

In this research, the synthesis of ZSM-5 and hierarchical pore MOR from LUDOX silica has been carried out utilizing starch from tapioca flour as a biomesoporogen and ZSM-5 seeds as the ZSM-5 framework. The steps of the research were carried out by synthesis of ZSM-5 and hierarchical pore MOR with and without biomesoporogen, ion exchange to become H-ZSM-5 and hierarchical pore H-MOR and catalytic activity tests in the hydrolysis reaction. Characterization of ZSM-5 and MOR with and without biomesoporogens using XRD and BET. XRD characterization showed a crystalline phase with crystallinity in ZSM-5 with and without biomesoporogen of 59.25 and 65.16% respectively, while in MOR it was 64.2 and 68.4% respectively. ZSM-5 and hierarchical pore MOR have pore size distributions of 3.6 and 2.14 nm, respectively. The catalytic test results show that the optimum reaction conditions are at a temperature of 140°C for 3 hours with a catalyst/substrate ratio of 0.03:0.05 using H-ZSM-5 and H-MOR catalysts. The highest cellulose hydrolysis conversion was obtained using the H-ZSM-5 and H-MOR hierarchical pore catalysts, namely 62.2 and 48.8%.

Keywords : Silica LUDOX, biomesoporogen, ion exchange, hydrolysis

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZSM-5 DAN MOR PORI HIRARKI
SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA**

Oleh

Shilvia Putri

Skripsi

**Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



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

Judul : **SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZSM-5 DAN MOR PORI HIRARKI SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA**

Nama : **Shilvia Putri**

NPM : **1917011009**

Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

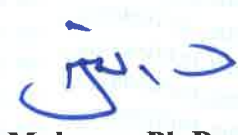
MENYETUJUI,

1. Komisi Pembimbing


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


Prof. Dr. Buhani, M.Si.
NIP. 196904161994032003

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA


Mulyono, Ph.D.
NIP. 197406112000031002

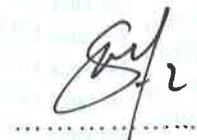
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

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



Sekretaris : **Prof. Dr. Buhani, M.Si.**



Anggota : **Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 19711001 200501 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 4 Desember 2023

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama Mahasiswa : Shilvia Putri
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011009
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 dan MOR Pori Hirarki sebagai Katalis pada Reaksi Hidrolisis Selulosa”** adalah benar karya sendiri dan saya tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Bandar Lampung, 22 Desember 2023
Menyatakan



Shilvia Putri
1917011009

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama **Shilvia Putri** lahir di Lampung, pada 29 Januari 2001. Penulis merupakan anak pertama dari 2 bersaudara pasangan Bapak Muslim dan Ibu Delli Agustina serta memiliki seorang adik bernama Resvalina Putri. Penulis menyelesaikan pendidikan di TK Al-Hidayah Serang, Banten pada tahun 2007; SDN Gorda 1 Serang, Banten pada tahun 2010, kemudian dilanjutkan di SDN 1 Way Lima, Lampung pada tahun 2013; SMPN 1 Gading Rejo, Lampung pada tahun 2016; SMAN 2 Gading Rejo, Lampung pada tahun 2019. Pada tahun 2019 penulis diterima sebagai mahasiswa baru di program S-1 Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi (SNMPTN).

Selama masa perkuliahan selain aktif dalam bidang akademik, penulis juga aktif dalam kegiatan organisasi. Organisasi yang pernah penulis ikuti adalah Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) FMIPA Unila mulai sebagai kader muda pada tahun 2019, anggota Biro Penerbitan (BP) Himaki FMIPA Unila periode 2020 dan aktif sebagai sekretaris Biro Penerbitan (BP) Himaki FMIPA Unila periode 2021. Penulis pernah mengikuti kegiatan Karya Wisata Ilmiah (KWI) yang diselenggarakan oleh BEM FMIPA Unila pada tahun 2019 di desa Tambah Dadi, Lampung Timur dan Melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Sindang Garut, Pesawaran pada tahun 2022.

Penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Anorganik 2 pada tahun 2022 untuk mahasiswa kimia 2020. Pada tahun 2022, penulis telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dengan judul “**Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki**

**Berbasis Silika LUDOX menggunakan Bio-mesoporogen dari Tepung
Tapioka” di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung.**

MOTTO

“Karena sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan”

(Q.S Al Insyirah/94: 5)

“But you cannot grow if you are bitter”

(Courtney Peppernell)

“Hanya kepada Allah aku mengadukan kesusahan dan kesedihanku”

(Q.S Yusuf/12: 86)

“Tidak semua usaha langsung dapat apresiasi, gapapa.

Udah mau usaha aja, kamu udah hebat”

(Syahid Muhammad)

“Tidak penting seberapa cepat kamu tumbuh, yang penting terus
bergerak”

(Lintang AN)

SANWACANA

Alhamdulillah, Alhamdulillah, alhamdulillahirabbil' alamin. Puji syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, karunia dan kasih sayangnya yang tak pernah henti tercurah sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul "Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 dan MOR Pori Hirarki sebagai Katalis pada Reaksi Hidrolisis Selulosa" ini sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Sholawat serta salam juga dihaturkan kepada junjungan besar Nabi Muhammad SAW, keluarga, serta sahabat dan semoga kita sebagai umat beliau kelak mendapatkan syafa'at di Yaumul Qiyamah, Aamiin ya Rabbal'alamin. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orangtuaku tercinta, Ibu dan Ayah, yang selalu memberikan kasih sayang, dukungan, nasihat, kerja keras, kesabaran, ketulusan, pengorbanan dan doa yang tiada hentinya untuk penulis. Terima kasih sebagai pahlawan hidupku, atas selama ini, yang tak kenal lelah dalam bekerja dan berusaha memberikan yang terbaik untuk penulis. Semoga kelak mendapatkan *Jannah-Nya, aamiin.*
2. Adik penulis Resvalina Putri yang selalu mendoakan, memberi dukungan, semangat, dan keusilannya dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga kelak Resvalina selalu diberi kebahagiaan dan kemudahan dalam menjalani hidup, *aamiin.*
3. Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing I yang selalu memberikan bimbingan, ilmu, nasehat, saran, serta banyak bantuan dengan penuh keikhlasan dan kesabaran tanpa pamrih kepada penulis hingga penelitian dan penulisan skripsi ini dapat selesai pada waktunya. Semoga

segala kebaikan ibu dibalas keberkahan dan dipermudah segala urusan ibu oleh Allah SWT serta mendapatkan *Jannah-Nya, aamiin*.

4. Ibu Prof. Dr. Buhani, M.Si. selaku Dosen Pembimbing II sekaligus Pembimbing Akademik penulis selama menempuh pendidikan S1 Kimia di FMIPA Unila ini, atas ketersediaannya memberikan bimbingan, nasehat, saran dan semangat dengan penuh kesabaran. Semoga segala kebaikan dan keberkahan dari Allah senantiasa tercurah untuk Ibu.
5. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku Dosen Pembahas, atas kebaikan, bimbingan, arahan, serta saran dengan penuh ketulusan sehingga penelitian dan penulisan skripsi ini dapat selesai.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan Bapak Mulyono, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung .
7. Bapak dan Ibu dosen, serta segenap staff dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung, terima kasih atas seluruh dedikasi dan ilmu yang diberikan kepada penulis selama menempuh pendidikan S1. Semoga Allah SWT membalas dengan keberkahan dan senantiasa sehat selalu.
8. Mba Liza A, S.Si. selaku Laboran Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Jurusan Kimia FMIPA Unila, atas ketersediaannya memberikan arahan dan bantuan selama penulis melakukan penelitian.
9. *My Research Team "Beliau"*, Yesica, Nafisa, dan Yusuf, atas kerja sama dan hari-hari yang dilalui bersama selama penelitian dengan penulis, *Thank u for your support and help during this difficult time* dan sukses kedepannya!
10. Kakak-kakak *senior*-ku di *Mita's Research* : Kak Azizah, Kak Zahra, Kak Chetrine, Kak Ester, dan Kak Vincent atas segala bantuan, saran dukungan, dan motivasi untuk penulis. Semoga selalu diberkahi dan diberi kemudahan dalam segala hal.
11. Para *bestie*-ku "*Masa Depan Sukses (Madesu)*"; Devy, Happy, Munifah, Rifdah, Virginia, Yohana, dan Zahra yang memberikan warna, selalu mendengarkan keluh kesah dan adu nasibnya, memberikan dukungan, semangat, serta meyakinkan penulis bahwa semua akan selesai pada waktunya. Penulis merasa sangat beruntung bertemu dan berteman dengan

kalian selama perkuliahan ini. Semoga kita bias sukses bareng ya sesuai nama Grup *WhatsApp* nya dan segala semua urusannya dimudahkan oleh Allah SWT, *aamiin*.

12. Para *bestie* kosanku “*Kosan Problematic*” Jilid 1; Happy, Munifah, Rifdah, Ayu, dan Neng. Atas ketersediaannya telah menghibur, memberikan semangat serta nasehat disaat penulis lelah dengan penelitian.
13. *Bestie*-ku Kurnia Alifah sejak SHS yang sebentar lagi akan mendapatkan gelar S.Ars, telah menyediakan tempat tidur disaat penulis sedang *stress*, menemani disaat sakit, dan mendengarkan percintaan bodoh penulis wkwk. Semoga kita mendapatkan jodoh yang bisa membimbing kita *until Jannah* ya, *Aamiin*.
14. *My special class*, kelas A dan anggota kelas A yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu. Terima kasih telah memberikan warna dan kenangan serta pengalaman berharga selama penulis menempuh pendidikan S1. Bangga dan beruntung bisa mengenal kalian dan berada di antara kalian yang hebat-hebat ini. *See you on top guys!* Semoga bisa reuni dan bukber ya ☺
15. *Chemistry 19 “ Smart People, Smart Thinking, and Good Attitude”*. Bangga dan luar biasa bisa melewati banyak hal bersama sejak maba dan menciptakan pelangi di bangku perkuliahan ini, sukses selalu untuk semuanya.
16. *Bestie* KKN-ku; Muchlisa, Dewi, Dila, Yola, Andre, dan Restu. Terima kasih atas dukungan, nasehat, saran serta cerita lucu dari kalian. Semoga kalian semua sukses di jalan masing-masing ya!
17. *With someone who cares*, selalu menemani penulis sejak awal PKL dan penelitian dan membantu penulis kapanpun itu, *hope we succesfull together and make we a dream cometrue!*
18. Seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menempuh pendidikan S1 dan proses penyelesaian skripsi ini, yang tidak bisa disebutkan satu per satu semoga segala kebaikan diberi keberkahan dari Allah SWT.
19. Diri saya sendiri, Shilvia Putri, terima kasih telah berjuang dan bertahan hingga detik ini. Selalu yakin serta sabar lagi ke depannya, kelak segala impianmu segera terwujud, *let's fight again!*

Akhir kata, atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Allah SWT membalas semua dengan pahala yang berlipat ganda, *aamiin*. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan dan kesalahan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna sebagaimana semestinya.

Bandar Lampung, 7 Desember 2023
Penulis,

Shilvia Putri

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	ii
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	4
1.3. Manfaat Penelitian.....	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Silika.....	5
2.2. Zeolit	6
2.2.1 Zeolit Alam	8
2.2.2 Zeolit Sintetik.....	10
2.3. Zeolit Mordenit (MOR).....	10
2.4. <i>Zeolit Socony Mobile-5 (ZSM-5)</i>	11
2.5. Zeolit Pori Hirarki	13
2.6. Biomesoporogen.....	14
2.7. Sintesis Zeolit	16
2.8. Katalis.....	19
2.9. Reaksi Hidrolisis	20
2.9.1. Selulosa	21
2.9.2. Glukosa.....	22
2.9.3. Kulit Singkong	23
2.10. Instrumen Karakterisasi.....	24
2.10.1. <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	24
2.10.2. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	24
2.10.3. <i>Brunauer-Emmett-Teller (BET)</i>	27
2.10.4. Spektrofotometri <i>UV-Vis</i>	28
III. METODOLOGI PENELITIAN	30
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	30
3.2. Alat Dan Bahan.....	30
3.3. Prosedur Penelitian	31
3.3.1. Sintesis Zeolit ZSM-5 dan MOR Pori Hirarki.....	31
3.3.2. Karakterisasi ZSM-5 dan MOR Pori Hirarki.....	34
3.3.3. Persiapan Katalis.....	35
3.3.4. Uji Aktivitas Katalitik.....	35

3.3.5. Analisis Gula Pereduksi	37
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	38
4.1. Sintesis Zeolit ZSM-5	38
4.2. Sintesis Zeolit MOR Pori Hirarki	41
4.3. Karakterisasi Zeolit ZSM-5 dan Mordenit (MOR)	43
4.4. Persiapan Katalis	54
4.5. Uji Aktivitas Katalitik	56
4.6. Analisis Gula Pereduksi	62
V. KESIMPULAN DAN SARAN	64
5.1. Kesimpulan	64
5.2. Saran	64
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	72

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Contoh zeolit alam	9
2. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis benih ZSM-5	31
3. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis benih ZSM-5	32
4. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika LUDOX	32
5. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika LUDOX	33
6. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis MOR dari silika LUDOX	34
7. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis MOR dari silika LUDOX	34
8. Komponen senyawa benih ZSM-5	43
9. Data analisis BET dan BJH ZSM-5	50
10. Data analisis BET dan BJH MOR	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur tetrahedron silika.....	5
2. Struktur 3 dimensi zeolit.....	6
3. Kerangka struktur zeolit MOR.....	10
4. Struktur dan saluran ZSM-5.....	12
5. Ilustrasi zeolit pori hirarki.....	14
6. Struktur dasar pati.....	15
7. Skema pembentukan mesopori.....	16
8. Mekanisme sintesis ZSM-5 bebas cetakan organik dengan metode <i>seed assisted</i>	18
9. Skema Hidrolisis Selulosa menjadi Glukosa.....	21
10. Struktur selulosa.....	21
11. Struktur glukosa.....	22
12. Pola XRD dari ZSM-5 yang disintesis pada periode waktu kristalisasi yang berbeda dan (a) kurva kinetik kristalisasi (b).....	25
13. Difraktogram standar zeolit ZSM-5.....	26
14. Difraktogram XRD zeolit-MOR.....	27
15. Adsorpsi dan desorpsi isothermis padatan mesopori dan mikopori.....	28
16. Reaksi DNS dengan glukosa.....	29
17. Ilustrasi Analisis Glukosa.....	30
18. Prekursor benih ZSM-5 (a) diaduk hingga homogen dan (b) hasil sintesis benih ZSM-5 berupa endapan berwarna putih.....	39
19. Proses sintesis ZSM-5 dengan biomesoporogen (a) dipanaskan ke dalam wadah berisi <i>oil bath</i> dan (b) hasil ZSM-5 dengan biomesoporogen.....	40
20. Prekursor ZSM-5 (a) <i>distirrer</i> selama 24 jam dan (b) hasil sintesis ZSM-5 LUDOX tanpa biomesoporogen.....	41
21. Prekursor MOR (a) dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam, (b) <i>distirrer</i> selama 24 jam, dan (c) hasil MOR dengan biomesoporogen.....	42
22. Sintesis zeolit MOR tanpa biomesoporogen (a) pemanasan dalam <i>oil bath</i> pada suhu 80°C dan (b) hasil sintesis zeolit MOR.....	43

23. Difraktogram ZSM-5 (a) standar IZA ZSM-5, (b) benih ZSM-5, (c) ZSM-5 tanpa biomesoporogen, dan (d) ZSM-5 pori hirarki dengan biomesoporogen	45
24. Difraktogram MOR (a) standar IZA MOR, (b) MOR tanpa biomesoporogen, dan (c) MOR pori hirarki dengan biomesoporogen	46
25. Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ ZSM-5 dengan biomesoporogen	47
26. Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dari ZSM-5	48
27. Distribusi ukuran pori ZSM-5 pori hirarki (a) dengan biomesoporogen dan (b) ZSM-5 tanpa biomesoporogen	49
28. Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dari MOR pori hirarki.....	51
29. Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dari MOR.....	52
30. Distribusi ukuran pori MOR pori hirarki (a) dengan biomesoporogen dan (b) MOR tanpa biomesoporogen	54
31. Proses <i>ion exchange</i> pada ZSM-5 dan (a) MOR (b)	56
32. Kulit singkong (a) setelah dikeringkan dan (b) <i>pulp</i> kulit singkong kering ...	56
33. Proses selulosa (a) delignifikasi <i>pulp</i> dari kulit singkong, (b) proses <i>bleaching</i> , dan (c) hasil <i>freeze-drying</i>	57
34. Hasil dari (a) <i>mix-milling</i> dan (b) filtrat hasil hidrolisis	58
35. Hasil uji DNS	58
36. Penentuan suhu optimum hidrolisis selulosa	59
37. Penentuan waktu optimum hidrolisis selulosa	60
38. Penentuan jumlah katalis optimum hidrolisis selulosa	62
39. Penentuan gula pereduksi optimum	63

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Senyawa kimia yang dapat terbentuk dari atom silikon dan oksigen adalah silika. Silika atau silikon dioksida (SiO_2) termasuk salah satu senyawa yang banyak tersedia di alam. Silika yang terdapat di alam terdiri dari dua macam bentuk yaitu dalam bentuk kristalin dan amorf (Bragmann *and* Goncalves, 2006; Della *et al.*, 2002). Silika kristalin memiliki banyak bentuk, bergantung pada orientasi dan posisi dari tetrahedron. Sedangkan silika amorf, memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Berdasarkan cara memperolehnya, silika dibedakan menjadi dua jenis yaitu silika komersil dan silika dari bahan alam. Silika komersil dapat dihasilkan dari proses sintesis bahan kimia seperti *tetraethoxysilane* (TEOS) dan *tetramethoxysilane* (TMOS) yang telah banyak digunakan sebagai sumber silika. Hal ini menjadikan silika dimanfaatkan sebagai prekursor utama dalam bahan anorganik dan organologam. Pada tahun 2019, Che *et al.* telah melakukan penelitian tentang sintesis zeolit ZSM-5 dengan menggunakan silika komersil berupa LUDOX untuk mensintesis zeolit.

Zeolit adalah senyawa kristal mikropori aluminosilikat terhidrasi yang tersusun dari tetrahedron (SiO_4)⁴⁻ dan (AlO_4)⁵⁻ yang dihubungkan oleh atom-atom oksigen. Secara umum, zeolit terbagi menjadi dua berdasarkan cara terbentuknya yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam mengandung zat pengotor dan kristalinitasnya kurang baik sehingga dapat mengurangi aktivitas zeolit, sedangkan zeolit sintetik memiliki tingkat kemurnian kristal yang tinggi dan keseragaman ukuran partikelnya (Lestari, 2010). Oleh karena itu, zeolit sintetik dapat dijadikan alternatif untuk mendapatkan zeolit dengan kristalinitas yang baik serta kation pada permukaannya yang tertentu yaitu H^+ dan Na^+ (Hidayat *et al.*,

2019). Zeolit memiliki keunggulan seperti stabilitas termal, selektivitas (Taufiqurrahmi *et al.*, 2011) dan strukturnya yang teratur. Pori-pori yang dimiliki dari zeolit membuatnya memiliki luas permukaan yang besar. Hal inilah yang menyebabkan zeolit sangat luas juga pemanfaatannya dibidang katalitik (Yusri, 2012) seperti zeolit Mordenit (MOR) serta *Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5).

Zeolit MOR dan ZSM-5 merupakan jenis zeolit sintetik yang telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis karena ciri dan sifatnya yang khas yaitu fleksibilitas dalam lingkungan asam kuat, memiliki kemampuan dalam pertukaran ion, stabilitas hidrotermal, ukuran partikel relatif kecil, dan keseragaman distribusi mikropori sehingga mampu meningkatkan selektivitas (Xu *et al.*, 2010). Namun, zeolit juga memiliki keterbatasan saat difusi sehingga membentuk kokas dan menurunnya aktivitas katalis dikarenakan zeolit umumnya berukuran mikropori dengan rentang ukuran pori 1-10 Å. Solusi untuk mengatasi hal tersebut adalah dengan penambahan mesopori pada kristal zeolit sehingga membentuk porositas sekunder yang disebut dengan pori hirarki. Zeolit pori hirarki memiliki ukuran pori mikro dan meso sehingga dapat meningkatkan aksesibilitas molekul besar ke situs aktif katalis untuk meningkatkan aktivitas katalitik zeolit (Kadja *et al.*, 2013; Song *et al.*, 2018).

Menurut Qian *et al.* (2020) untuk pembentukan mesopori tambahan tanpa merusak kerangka zeolit pada proses pembentukan pori hirarki yaitu dengan menggunakan metode cetak. Metode cetak ini membutuhkan agen pengarah mesopori berupa mesoporogen. Mesoporogen yang biasa digunakan adalah mesoporogen sintetik, seperti karbon hitam, polimer, surfaktan, dan organosilan, yang efektif dalam sintesis zeolite pori hirarki. Akan tetapi, bahan-bahan tersebut cukup mahal dan untuk menghilangkannya membutuhkan energi tinggi serta tak ramah lingkungan (Nandan *et al.*, 2014). Hal ini memicu peneliti menggunakan biomaterial yang telah banyak diaplikasikan seperti pati (Sabarish and Unnikrishnan, 2019), kitin, selulosa (Abdulridha *et al.*, 2020), glukosa (Nandan *et al.*, 2014), dan sukrosa sebagai solusi keterbatasan mesoporogen sintesis yaitu biomesoporogen. Salah satu biomesoporogen pati yang dapat digunakan yaitu tepung tapioka dengan kandungan pati yang terdiri atas 17% amilosa dan 83%

amilopektin. Struktur pati mempunyai daya ikat air yang tinggi, selain itu terjadi pemutusan ikatan hidrogen pada rantai linier dan berkurangnya daerah amorf yang mudah dimasuki oleh air (Erika, 2010). Oleh karena itu, pati dari tepung tapioka banyak sekali dimanfaatkan sebagai adsorben (Charisma *et al.*, 2016), selain itu dimanfaatkan sebagai pengental dan bahan pengikat, karena mempunyai daya rekat yang tinggi. Isvandiary *et al.* (2020) melakukan penelitian menggunakan zeolit sebagai adsorben dengan memanfaatkan pati dari singkong sebagai bioetanol. Dengan demikian, pada penelitian ini memanfaatkan pati dari tepung tapioka sebagai biomesoporogen dalam sintesis zeolit MOR dan ZSM-5, selanjutnya zeolit yang diperoleh dari hasil sintesis akan diaplikasikan sebagai katalis asam padat.

Aplikasi zeolit sebagai katalis asam padat ini digunakan untuk reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa. Dalam penelitian ini, selulosa untuk reaksi hidrolisis berasal dari kulit singkong. Pada kulit singkong tersebut terdapat komposisi kimia selulosa 25%, hemiselulosa 6,67%, dan pati 61%. Maka dari itu, kulit singkong dengan produk samping selulosa 25% dapat dijadikan potensi untuk dihidrolisis menjadi glukosa (Nugroho *et al.*, 2015). Penelitian yang telah dilakukan oleh Onda *et al.* (2008) berhasil mengkonversi selulosa menjadi glukosa dengan rendemen sebesar 7,3% menggunakan katalis zeolit H-MOR (Si/Al = 10). Sintesis ZSM-5 oleh Che *et al.*, (2019) termodifikasi pati yang menghasilkan volume mesopori sebesar $0,359 \text{ cm}^3/\text{g}$ dan ukuran pori sebesar 4,508 nm dibandingkan dengan ZSM-5 yang dimodifikasi dengan selulosa dan sukrosa.

Berdasarkan pemaparan tersebut, pada penelitian ini dilakukan sintesis MOR dan ZSM-5 pori hirarki berbasis silika LUDOX dengan bantuan benih ZSM-5 secara hidrotermal. Selanjutnya MOR dan ZSM-5 pori hirarki hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Rays Diffraction* (XRD) dan *Brunauer-Emmet Teller* (BET). Setelah diperoleh MOR dan ZSM-5, maka dilakukan uji aktivitas katalitiknya pada reaksi hidrolisis selulosa menggunakan reagen DNS untuk analisa gula pereduksi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

1.2. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang yang telah dijabarkan, tujuan dilakukan penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Memperoleh zeolit ZSM-5 dan MOR pori hirarki menggunakan silika LUDOX dan mempelajari karakteristiknya.
2. Mempelajari pengaruh pati dari tepung tapioka sebagai biomesoporogen pada sintesis zeolit ZSM-5 dan MOR pori hirarki berbasis silika LUDOX.
3. Mempelajari uji aktivitas katalitik zeolit ZSM-5 dan MOR pori hirarki sebagai katalis pada reaksi hidrolisis selulosa kulit singkong untuk memproduksi glukosa.

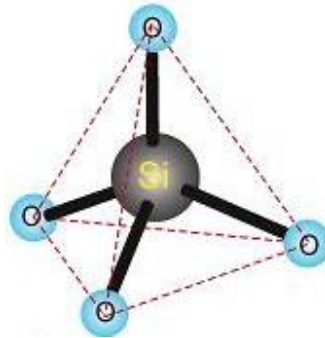
1.3. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat penelitian ini adalah memberikan informasi ilmiah mengenai pemanfaatan pati dari tepung tapioka sebagai biomesoporogen dalam sintesis zeolit serta memanfaatkan limbah kulit singkong mengandung selulosa yang dapat dikonversi menjadi glukosa.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Silika

Silika adalah senyawa kimia yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen karena oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua yang terbanyak. Ikatan antara silikon dan oksigen membentuk struktur tetrahedron, sebagaimana digambarkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur tetrahedron silika (Shamiryan *et al.*, 2004)

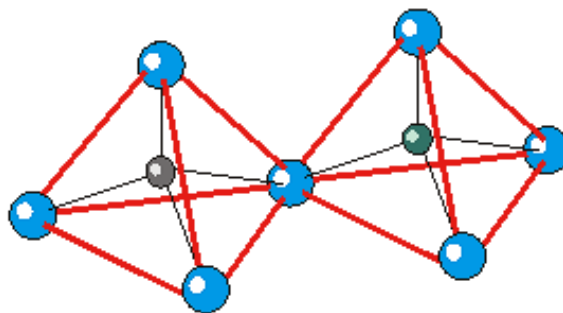
Silika atau silikon dioksida (SiO_2) termasuk salah satu unsur yang banyak tersedia di alam dan di kerak bumi dalam bentuk SiO_2 (Simanjuntak *et al.*, 2016). Silika merupakan suatu unsur bersifat asam dari batuan silikat, granit dan batuan lain yang sejenis, terdiri dari 20-30% silikon. Silika atau silikon dioksida (SiO_2) yang terdapat di alam terdiri dalam dua macam bentuk yaitu amorf dan kristalin (Bragmann *and* Goncalves, 2006; Della *et al.*, 2002). Silikon dapat berbentuk kristal hitam keabu-abuan atau pun dalam bentuk serbuk. Pada temperatur yang tinggi silikon bersifat sebagai penghantar listrik dan panas yang baik, namun pada temperatur rendah silikon akan bersifat sebagai isolator listrik dan panas (Sunardi, 2006).

Silika telah banyak dimanfaatkan sebagai prekursor utama dalam bahan anorganik dan organologam (Kalapathy *et al.*, 2002). Berdasarkan cara memperolehnya,

silika dibedakan menjadi dua jenis yaitu silika komersil dan silika dari bahan alam. Silika komersil dapat dihasilkan dari proses sintesis bahan kimia seperti *tetraethoxysilane* (TEOS) dan *tetramethoxysilane* (TMOS) telah banyak digunakan sebagai sumber silika.

2.2. Zeolit

Kata zeolit berasal dari bahasa Yunani yaitu “*zeo*” dan “*lithos*” yang berarti batu yang mendidih. Zeolit pertama kali ditemukan oleh Axel Fredrik Cronstedt pada tahun 1756 ketika memanaskan mineral stilbite dan dihasilkan uap dari air yang terserap oleh mineral tersebut. Dinamakan zeolit karena memiliki kemampuan untuk menyerap air dan melepaskannya kembali melalui proses pemanasan. Zeolit merupakan kristalin aluminasilikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya terisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Breck, 1974; Chetam, 1992; Scot *et al.*, 2003). Umumnya, struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit TO_4 atau Al_4^{3+} dimana T adalah ion Si dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.



Gambar 2. Struktur 3 dimensi zeolit (Fatimah dan Karna, 2005)

a. Sifat Fisika Zeolit

Zeolit merupakan kelompok mineral dari alumunium silikat yang terhidrasi dari logam alkali dan alkali tanah (Ca dan Na). Warna dari zeolit yaitu putih keabu-abuan, putih kehijau-hijauan, atau putih kekuning-kuningan. Ukuran

kristal zeolit kebanyakan tidak lebih dari 10 – 15 mikron (Sutarti, 1994, Hamdan, 1992). Zeolit memiliki densitas antara 2,0 – 2,3 g/cm³ dan memiliki bentuk halus serta lunak. Zeolit mempunyai molekular struktur yang unik, dimana atom silikon dikelilingi oleh 4 atom oksigen sehingga terbentuk jaringan dengan pola teratur. Hal ini menjadikan partikel zeolit mempunyai pori dengan ukuran yang dibedakan menjadi 3 yaitu makropori (>50nm), mikropori (<2nm), dan dari keduanya terdapat mesopori (Muttakin *et al.*, 2011).

b. Sifat Kimia Zeolit

1. Dehidrasi

Sifat dehidrasi dari zeolit berpengaruh terhadap sifat adsorpsi. Contoh pada zeolit alam didalam pori-porinya terdapat kation-kation atau molekul air. Bila molekul air tersebut dikeluarkan dari dalam pori dengan perlakuan tertentu maka zeolit akan meninggalkan pori yang kosong.

2. Adsorpsi

Ketika keadaan normal ruang hampa pada kristal zeolit terisi oleh molekul air disekitar kation. Bila zeolit dipanaskan maka air tersebut akan keluar. Zeolit yang dipanaskan berfungsi sebagai penyerap cairan atau gas.

3. Pemisah/Penyaring

Sifat zeolit sebagai pemisah/penyaring molekul didasarkan atas perbedaan bentuk dan ukuran. Molekul yang berukuran lebih kecil dapat melintas sedangkan yang berukuran lebih besar dari ruang hampa akan tertahan atau ditolak (Poerwadi, 1995).

4. Katalis

Zeolit sebagai katalis yang mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi, karena mampu menaikkan perbedaan lintasan molekular dari reaksi. Selektivitas molekular seperti ini disebut *molecular sieve* terdapat dalam substansi zeolit alam (Poerwadi, 1995).

5. Penukar Ion

Ion-ion dalam rongga berguna untuk menjaga kenetralan zeolit. Ion-ion ini dapat bergerak bebas sehingga pertukaran ion yang terjadi tergantung dari

ukuran dan muatan serta jenis zeolitnya. Sifat sebagai penukar ion tergantung dari sifat kation, suhu, dan jenis anionnya (Poerwadi, 1995).

Berdasarkan sifat-sifat kimia di atas zeolit dapat diaplikasikan sebagai material filtrasi karena mampu memisahkan molekul berdasarkan ukuran, bentuk, polaritas dan derajat ketidakjenuhan. Zeolit dapat dimodifikasi dengan cara sintesis langsung untuk meningkatkan kandungan silika sehingga dapat meningkatkan sifat hidrofobik pada zeolit (Flanigen *et al.*, 2010).

c. Karakteristik Zeolit

Zeolit memiliki karakteristik yang khas sehingga dibedakan dari mineral lainnya, yaitu :

1. Kemampuan zeolit mengadsorpsi sangat bergantung pada rasio Si/Al. rasio Si/Al rendah, zeolit bersifat *hydrophilic* mempunyai afinitas tinggi terhadap air dan senyawa polar lainnya. Sebaliknya jika rasio Si/Al tinggi, maka zeolit bersifat *hydrophobic* dan mengadsorpsi senyawa non-polar.
2. Sebagian atom silika digantikan oleh aluminium dan nisbah.
3. Tektosilikat, yaitu struktur tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral.
4. Kation ada untuk mengimbangi muatan negatif yang timbul akibat substitusi aluminium. Kation terletak di dalam pori dan rongga kosong, dan biasanya dapat bergerak bebas. Di dalam rongga kosong dan pori-pori juga terdapat molekul air (air zeolit). Sebuah pengukuran dari porositas adalah jumlah air yang teradsorpsi. Molekul air juga terdapat di dalam pori-pori dan rongga kosong, pada kebanyakan kasus dapat dihilangkan melalui pemanasan dan readsorpsi pada temperatur rendah.

2.2.1 Zeolit Alam

Zeolit alam adalah material alam yang terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan alam seperti yang tercantum dalam Tabel 1. Menurut ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen, dan batuan metamorfosa dan

selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin dan terbentuklah mineral zeolit (Setyawan, 2002).

Tabel 1. Contoh zeolit alam

Jenis Zeolit Alam	Contoh Zeolit Alam
Zeolit di antara lapisan batuan	Kwarsa, kalsit, renit, klorit, fluorit, dan mineral sulfide
Zeolit berupa batuan	Modenit, erionit, analsim, klipnotilotit, laumontit, filipsit, kabasit, dan heulandit.

(Sumber : Lestari, 2010)

Zeolit alam biasanya dapat ditambang secara langsung dari alam. Namun zeolit alam memiliki beberapa kelemahan seperti mengandung pengotor Na, K, Ca, Mg, dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik, sehingga untuk meningkatkan aktivitas sebagai katalis, adsorben, atau aplikasinya lainnya perlu dilakukan aktivasi dan modifikasi baik secara kimiawi maupun fisika (Jha *and* Singh, 2012).

Kelebihan zeolit alam yaitu memiliki kemampuan adsorpsi yang kuat sehingga dapat dimanfaatkan untuk menghilangkan kontaminan seperti logam berat, nitrogen, dan sulfur dari produk minyak bumi yang diekstraksi. Namun, kekurangan zeolit ini memiliki pori-pori yang tidak seragam, mengandung banyak pengotor, serta kristalinitasnya kurang baik (Krol, 2020 ;Kurniasari *et al.*, 2011) melaporkan bahwa diperlukan proses aktivasi untuk meningkatkan sifat khusus zeolit dan menghilangkan unsur pengotor.

Aktivasi pada zeolit ada dua cara yaitu secara fisika dan kimia. Aktivasi fisika dilakukan dengan cara pengayakan, pengecilan ukuran butir serta pemanasan pada temperatur tinggi. Hal ini bertujuan agar menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat didalam zeolit, memperluas permukaan,dan memperbesar pori.

Sedangkan aktivasi dengan cara kimia yaitu dilakukan pengasaman. Hal ini, bertujuan untuk menghilangkan pengotor anorganik. Pengasaman ini akan menyebabkan terjadinya pertukaran kation dengan H⁺ (Ertan *and* Cakicioglu, 2005).

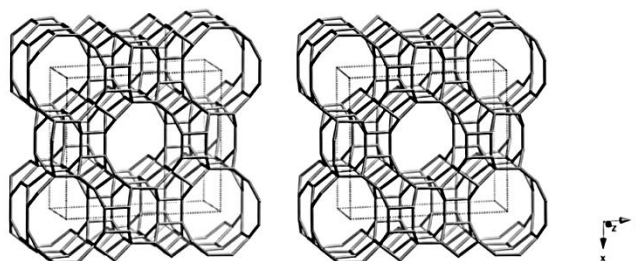
2.2.2 Zeolit Sintetik

Zeolit sintetis adalah zeolit yang dibuat dan direkayasa sedemikian rupa sehingga diperoleh zeolit yang diinginkan seperti struktur kristal, ukuran pori, dan kerangka zeolit (Jha *and* Singh, 2012). Zeolit sintetis sering digunakan dibandingkan dengan zeolit alam, hal ini dikarenakan keseragaman ukuran partikel dan tingkat kemurnian yang tinggi pada zeolit sintetis serta strukturnya dapat dibuat sesuai dengan yang diinginkan (Sugiarti, 2017). Zeolit sintetis memiliki kelebihan dibandingkan zeolit alam karena memiliki luas permukaan yang lebih tinggi, volume mikropori yang lebih tinggi, kurangnya pengotor dan dapat diproduksi secara khusus untuk aplikasi tertentu (Moshoeshoe *et al.*, 2017).

Zeolit sintetis yang sering digunakan yaitu zeolit MOR dan ZSM-5.

2.3. Zeolit Mordenit (MOR)

Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit sintetis dengan rumus kimia $\text{Na}_8\text{A}_{18}\text{Si}_{40}\text{O}_{96} \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Kerangka struktur zeolit MOR dapat dilihat pada Gambar 3



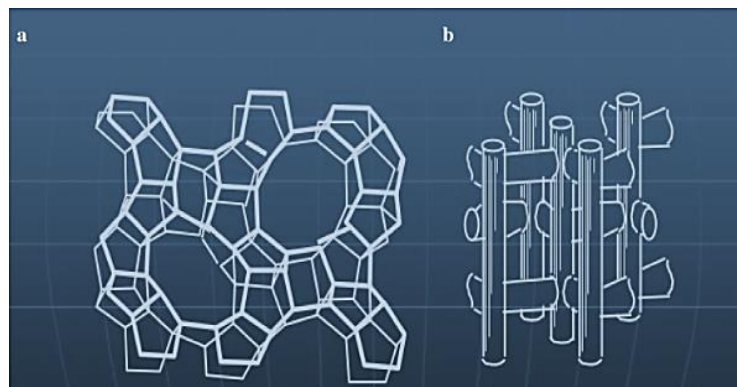
Gambar 3. Kerangka struktur zeolit MOR (Mignoni *et al.*, 2008).

Zeolit mordenit (MOR) memiliki rasio Si/Al bernilai 5 yang membuatnya sangat tahan terhadap panas dan pengaruh kimia. Strukturnya terdiri dari dua saluran sistem yaitu; saluran pori elips (12-MR $6,7 \times 7,0 \text{ \AA}$) yang berjalan paralel dengan sumbu-c dan saluran lainnya yang berjalan paralel dengan sumbu-b (8-MR $2,6 \times 5,7 \text{ \AA}$) (Mignoni *et al.*, 2008). Zeolit mordenit banyak berperan sebagai molekul penyaring (*molecular sieve*) dalam proses adsorpsi yang melibatkan komponen asam namun dalam perkembangannya zeolit mordenit digunakan sebagai katalis seperti pada proses alkilasi, isomerisasi, *reforming*, dan *cracking*. Sintesis zeolit

mordenit mengalami perkembangan yang sangat cepat dan terfokus pada pengontrolan ukuran partikel serta modifikasi morfologi mordenit. Sintesis fasa murni zeolit mordenit membutuhkan kandungan Si yang tinggi sementara kandungan Al harus rendah. Hal ini karena ukuran kristal semakin kecil seiring dengan rendahnya rasio Si/Al. Zeolit yang kaya Al cenderung menghambat pertumbuhan kristal. Hincapie *et al.* (2004) menjelaskan hubungan silikon dengan aluminium dan silikon lainnya dimungkinkan dalam cara yang berbeda, lain hal dengan aluminium yang hanya terhubung dengan silikon dan akhirnya mempengaruhi pertumbuhan kristal.

2.4. Zeolit Socony Mobile-5 (ZSM-5)

ZSM-5 merupakan salah satu jenis zeolit sintetik dengan tipe kerangka MFI yang memiliki rumus kimia $[\text{Na}_n(\text{H}_2\text{O})_{16}\text{Al}_n\text{Si}_{96}\text{O}_{192}]$ -MFI, dengan $n < 27$ dan dapat disintesis dengan variasi rasio Si/Al 10-100. ZSM-5 pertama kali disintesis oleh *Mobil Corporation* pada tahun 1972. Zeolit ini disintesis dengan menggunakan kation Na^+ sebagai ion penyeimbang kerangka yang bermuatan negatif. Ion Na^+ dapat ditukar dengan kation lain yang dapat memasuki pori dalam modifikasi zeolit (Petushkov *et al.*, 2011). ZSM-5 menjadi tipe zeolit yang memiliki lubang saluran pada permukaan strukturnya. Kokotailo *et al.* (1978) menentukan struktur kristalannya pada tahun 1978, karena ZSM-5 mempunyai struktur pori tiga dimensi yang unik, luas permukaan spesifik yang tinggi, selektivitas bentuk yang luar biasa, stabilitas hidrotermal yang tinggi dan kemampuannya mempertahankan asam. ZSM-5 sebagai katalis telah banyak digunakan dalam industri petrokimia, konversi batu bara dan sintesis kimiawi (Ilias *et al.*, 2013). Terdiri dari unit pentasil yang saling berkaitan membentuk rantai pentasil yang dihubungkan melalui jembatan oksigen antar lembaran ini menghasilkan sistem 3D dengan saluran 10 cincin lurus sejajar dengan gelombang (sepanjang y) dan saluran 10 cincin sinusoidal tegak lurus dengan lembaran (sepanjang x) (Julbe and Drobek, 2016). Saluran dan pori-pori ZSM-5 memiliki diameter seragam yang cocok untuk membentuk katalis yang selektif (Nishu *et al.*, 2020).



Gambar 4. Struktur dan saluran ZSM-5 (Alotibi *et al.*, 2020)

Gambar 4 merupakan kerangka ZSM-5 yang memiliki cincin oksigen beranggota 10 dan dua jenis sistem saluran dengan ukuran yang sama yaitu, saluran lurus (5,3: 5,6 Å) dan saluran sinusoidal (5,1: 5,5 Å). Kedua saluran yang berbeda ini saling tegak lurus dan menghasilkan perpotongan dengan diameter 8,9 Å (Alotibi *et al.*, 2020). Strukturnya ortorombik (*Pnma*) pada suhu tinggi, tetapi transisi fasa ke kelompok monoklinik terjadi pada pendinginan di bawah suhu transisi, yaitu antara 300 dan 350 K. Bukaan pori 10 cincin ini, menyebabkan ZSM-5 memiliki selektivitas untuk penyerapan dan katalisis sehingga zeolit ini banyak diaplikasikan di industri kilang ataupun petrokimia, termasuk untuk isomerisasi hidrokarbon dan alkilasi hidrokarbon (Julbe *and* Drobek, 2016).

ZSM-5 banyak digunakan dalam katalis, adsorben, pemisahan cairan dan gas, produksi kimiawi dan dalam proses industri petrokimia karena struktur salurannya yang khas, keasaman, selektivitas bentuk, dan stabilitas termal yang tinggi sehingga cocok menjadi katalis H-ZSM-5 (Alotibi *et al.*, 2020). Kinerja ZSM-5 sebagai katalis bergantung pada tiga faktor utama yaitu, keasaman (sifat, kekuatan dan kepadatan), ukuran kristal yang mempengaruhi difusi intra-kristal molekul reaktan, dan morfologi kristal (Mohammadparast *et al.*, 2015).

Sifat fisik-kimia dan kinerja katalitik katalis H-ZSM-5 bergantung pada tiga faktor, (i) keasaman (sifat, kekuatan dan kepadatan), (ii) ukuran kristal, yang mempengaruhi difusi intrakristalin molekul reaktan, dan (iii) morfologi kristal. Parameter utama adalah keasaman, yang dapat dikontrol oleh variabel yang berbeda seperti komposisi gel sintesis, sifat cetakan, pH gel, suhu dan waktu

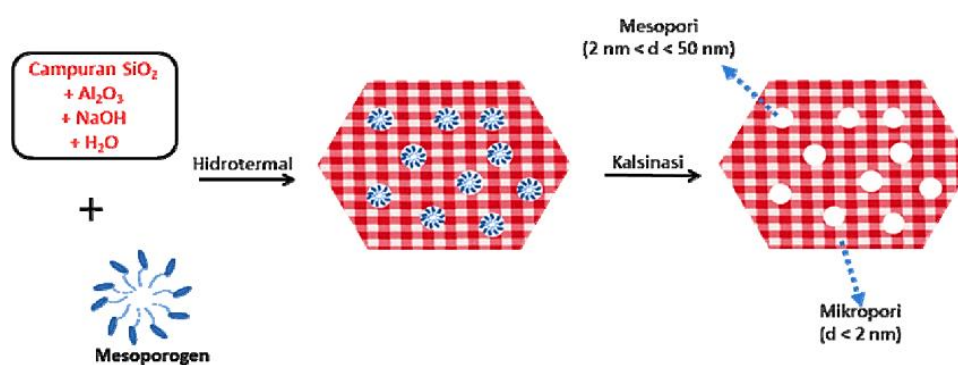
aging gel dan kondisi perlakuan hidrotermal. Tetapi, terdapat hal yang harus diperhatikan apabila terjadi peningkatan keasaman pada ZSM-5, yaitu meningkatkan pembentukan kokas pada permukaan katalis, sehingga menyebabkan deaktivasi katalis dalam hal ini ZSM-5 walaupun kinerja katalitiknya juga meningkat (Yaripour *et al.*, 2015). Maka dari itu dalam beberapa penelitian lebih berfokus pada pengontrolan morfologi dan ukuran kristal.

2.5. Zeolit Pori Hirarki

Dalam klasifikasi *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) material berpori seperti zeolit, karbon ataupun oksida dikelompokkan menjadi mikropori memiliki diameter pori <2 nm, mesopori memiliki diameter pori 2-50 nm, dan makropori memiliki diameter pori >50 nm. Zeolit termasuk bahan kristal anorganik yang banyak sekali kegunaannya khususnya dalam bidang industri. Meskipun banyak zeolit terbentuk di alam, sebagian besar zeolit yang dikenal saat ini disintesis dalam autoklaf dalam kondisi hidrotermal. Dalam bidang industri zeolit digunakan sebagai katalis padat karena selektivitas bentuknya yang unik, instristik keasamannya kuat, dan stabilitas tinggi (Bai *et al.*, 2019). Namun, di sisi lain, ukuran pori yang kecil dan panjang jalur difusi yang panjang tidak hanya mengurangi efisiensi transpor tetapi juga menyebabkan pemanfaatan katalis yang buruk dan penurunan laju katalitik (Li *et al.*, 2014). Oleh karena itu, untuk mengatasi hal tersebut dibuat zeolit dalam bentuk pori hirarki. Zeolit hirarki mengandung mikroporositas dan meso/makroporositas yang dapat mengurangi batasan sterik untuk molekul yang besar, meningkatkan laju difusi intrakristalin, memaksimalkan pemanfaatan katalis, serta memodulasi selektivitas terhadap produk target (Hartmann *et al.*, 2016).

Menurut Jia *et al.*, (2019) menyatakan bahwa metode sintesis zeolit hirarki diklasifikasikan menjadi dua rute sintesis yaitu *bottom up* dan *top down*. Metode *bottom up* meliputi cetak keras dengan struktur relatif kaku dan cetak lunak dengan *post-pretreatment* yang terdiri dari dealuminasi dan desilikasi

dikategorikan sebagai strategi *top down*. Sebagian besar metode sintesis yang dikenal yaitu menggunakan cetakan mesopori untuk mengontrol pembentukan mesoporitas tambahan. Jika menggunakan metode cetakan, digunakan suatu mesoporogen (agen pengarah mesopori) agar kristal zeolit yang tercetak akan memiliki porositas tambahan dengan ukuran meso atau makro. Terdapat dua jenis metode cetak, yaitu metode cetak keras (*hard templating*) dan metode cetak lunak (*soft templating*). Pada metode *bottom up* dengan menggunakan *template* lunak memiliki sejumlah keuntungan seperti fleksibilitas dan keragaman. *Template* lunak yang sering digunakan yaitu surfaktan, polimer, bakteri, dan pati. Upaya yang dilakukan dalam mensintesis zeolit mesopori dengan menggunakan *template* ganda seperti surfaktan dengan *structure directing agent* (SDA, misalnya menggunakan garam alkilamonium rantai pendek) (Li *et al.*, 2014). Berikut ilustrasi dari zeolit pori hirarki ditunjukkan pada Gambar 5.



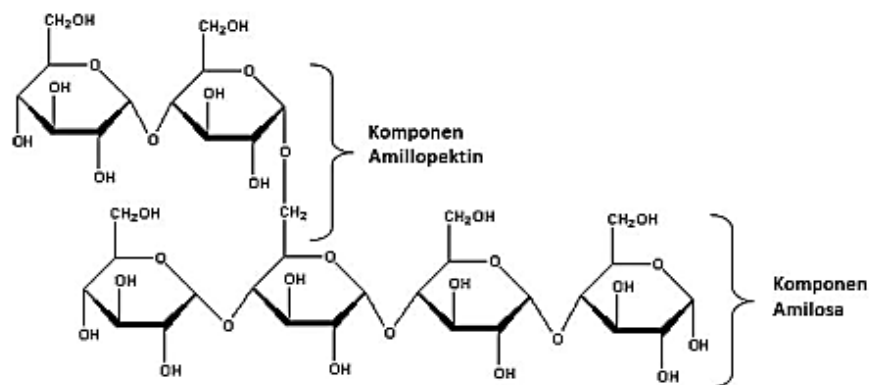
Gambar 5. Ilustrasi zeolit pori hirarki (Kadja *et al.*, 2013).

2.6. Biomesoporogen

Mesoporogen merupakan agen pengarah mesopori yang berdasarkan pada metode kristalisasi langsung yang digunakan dalam pembuatan zeolit mesopori. Banyak bahan yang telah dikembangkan sebagai mesoporogen untuk sintesis zeolit hirarki, tergantung pada interaksi cetakan dengan prekursor zeolit yang dapat dibagi menjadi cetakan keras dan cetakan lunak (Pan *et al.*, 2019). Dalam pembuatan mesopori dapat menggunakan bantuan benih, kontrol kinetik kristalisasi, dan konversi bantuan uap (Bai *et al.*, 2019). Pemanfaatan mesoporogen yaitu polimer pati sebagai agen mesopori telah dilakukan untuk

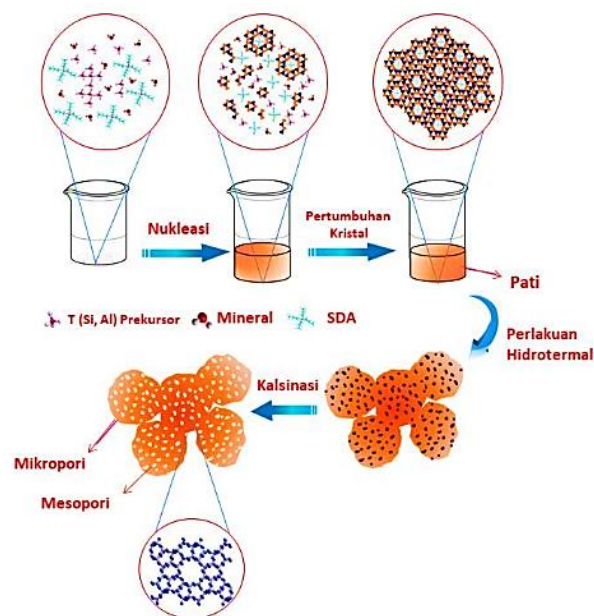
mensintesis zeolit ZSM-5 dikarenakan metodenya sederhana dan ekonomis (Tao *et al.*, 2011). Pada penelitian Che *et al.*, (2019) mensintesis ZSM-5 sebagai katalis dan kinerjanya dalam pirolisis katalitik biomassa. Katalis ZSM-5 yang dimodifikasi dengan menggunakan *template* sukrosa dan selulosa masing-masing 10 %, menunjukkan sedikit peningkatan volume mikropori sedangkan dengan menggunakan pati sebanyak 10% menunjukkan peningkatan volume mesopori. Hal ini menyebabkan peningkatan *cracking* oksidasi dan menekan reaksi polimerisasi pada permukaan ZSM-5, dengan demikian menghasilkan lebih banyak produk aromatik. Menurut penelitian Triyono *et al.*, 2021 menyatakan bahwa sintesis zeolit MOR dengan menggunakan mesoporogen alami yaitu selulosa dengan cara menambahkan selulosa sebanyak 25 g dalam gel zeolit selanjutnya disintesis menggunakan metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Variasi mesoporogen akan menghasilkan kristalinitas zeolit MOR yang berbeda. Oleh karena itu, pati tidak hanya diaplikasikan sebagai mesoporogen zeolit hirarki, tetapi juga dapat sebagai mesoporogen pada sintesis material berpori lainnya.

Pati merupakan polisakarida utama pada tumbuhan yang terdiri atas amilosa dan amilopektin. Amilosa merupakan polimer linier dengan ikatan α -(1 \rightarrow 4) unit glukosa. Derajat polimerisasi amilosa berkisar antara 500–6.000 unit glukosa, bergantung pada sumbernya. Sedangkan, amilopektin merupakan polimer α -(1 \rightarrow 4) unit glukosa dengan rantai samping α -(1 \rightarrow 6) unit glukosa. Berikut struktur pati ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur dasar pati (Masina *et al.*, 2017)

Pati memiliki gugus hidroksil yang sangat melimpah, sehingga membuatnya mudah terdispersi ke dalam larutan sintesis. Gugus hidroksil akan berinteraksi dengan gugus hidroksil pada zeolit melalui ikatan hidrogen lalu setelah dikalsinasi maka diperoleh mesopori zeolit. Penggunaan pati sebagai mesoprogen lebih menguntungkan dibanding dengan material karbon, karena harga pati relatif murah, mudah didapatkan, memiliki struktur yang kompleks dan bersifat ramah lingkungan (Zhang *et al.*, 2010). Telah dilakukan sintesis ZSM-5 oleh Sabarish and Unnikrishnan (2019) menggunakan biomesoprogen dari pati dengan metode hidrotermal. Berikut skema pembentukan mesopori ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Skema pembentukan mesopori (Sabarish and Unnikrishnan, 2019)

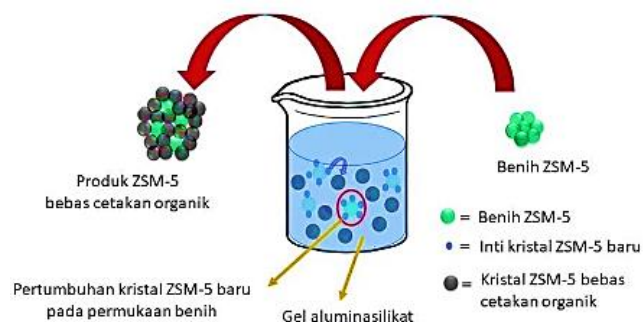
2.7. Sintesis Zeolit

Zeolit dapat terbentuk di alam secara alami dan ditambang secara global, namun dapat juga disintesis dalam skala laboratorium. Sintesis zeolit pada laboratorium berbeda jauh dengan proses alami, karena sintesis laboratorium dilakukan pada sistem tertutup. Sintesis laboratorium telah berkembang dengan menduplikasi kondisi dimana zeolit alam terbentuk. ZSM-5 dan MOR disintesis menggunakan cetakan organik seperti kation tetrapropilamonium, baik dalam bentuk hidroksida (TPAOH) atau dalam bentuk garam bromide (TPABr), atau campuran garam dan hidroksida sebagai agen pengarah struktur karena dapat membentuk dan menstabilkan kerangka zeolit. Namun, penggunaan cetakan organik sebagai agen

pengarah struktur membutuhkan biaya produksi yang relatif mahal dan juga menyebabkan emisi gas berbahaya seperti NO_x dan CO₂ sebagai akibat dari penghilangan cetakan organik pada proses kalsinasi (Javdani *et al.*, 2019).

Untuk mengatasi permasalahan tersebut, Javdani *et al* (2019) mengembangkan metode pembenihan (*seed assisted*) dalam sintesis zeolit yang dapat mengurangi penggunaan cetakan organik pada sintesis zeolit. Metode ini memiliki keuntungan seperti waktu sintesis lebih singkat, arah sintesis menuju fase yang diinginkan dengan kemurnian lebih tinggi dan dapat mengendalikan ukuran partikel zeolit. Selain itu, laju kristalisasi akan meningkat sehingga mempersingkat waktu kristalisasi dengan menambahkan kristal benih ke dalam gel zeolit. Oleh karena itu, metode pembenihan membuka perspektif baru dalam pendekatan sintesis yang jauh lebih ekonomis dan ramah lingkungan untuk zeolit ZSM-5. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Javdani *et al.* (2019) melaporkan sintesis ZSM-5 dengan metode *seed assisted* berlangsung dalam kondisi hidrotermal dan sistem akhir biasanya berupa hidrogel aluminosilikat yang berkembang di bawah pengaruh gabungan mineralisasi dan agen pengarah struktur. Pada metode pembenihan proses kristalisasi terdiri dari dua tahap. Pertama, proses nukleasi terjadi pada permukaan kristal benih dan populasi baru inti diproduksi dalam campuran sintesis melalui agregat kristal pada kristal benih. Setelah nukleasi, pertumbuhan kristal terjadi pada permukaan luar benih.

Sintesis ZSM-5 dengan metode *seed assisted* bebas cetakan organik menggunakan sumber alkali seperti NaOH yang bertindak sebagai agen pengarah struktur (SDA). Pada teknik sintesis ini, benih ZSM-5 disintesis menggunakan metode hidrotermal konvensional dengan cetakan organik, kemudian sejumlah benih hasil sintesis ditambahkan ke gel reaktan bebas cetakan organik untuk membentuk zeolit ZSM-5. Mekanisme sintesis ZSM-5 bebas cetakan organik dengan metode *seed assisted* ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Mekanisme sintesis ZSM-5 bebas cetakan organik dengan metode pembenihan (Nada *and* Larsen, 2016)

1. Metode Hidrotermal

Sintesis dengan metode hidrotermal dapat meningkatkan kemampuan efektivitas solvasi air, meningkatkan kelarutan reaktan dan peleburan dari gel primer yang terbentuk pada tahap pertama serta mengakibatkan peningkatan nukleasi dan laju kristalisasi (Cejka *et al.*, 2007). Sintesis secara hidrotermal biasanya terjadi dalam pelarut air dengan kondisi suhu dan tekanan yang tinggi ($>100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $>1\text{ bar}$).

Reaksi hidrotermal dilakukan pada suhu tinggi (lebih dari 100°C) dalam autoklaf yang berfungsi menjaga laju penguapan sama dengan laju kondensasi. Reaksi kondensasi, yaitu reaksi pemutusan dan pembentukan ikatan baru Si, Al-O-Si, Al yang dikatalisis oleh ion hidroksil menghasilkan ikatan penyusun material kristalin terjadi pada campuran larutan (Cundy *and* Cox, 2005). Keadaan hidrotermal memiliki sifat fisik yang spesifik, solvasi dan tekanan tinggi, serta transport massa pelarut yang tinggi. Selain itu, keuntungan menggunakan jenis sintesis hidrotermal adalah diperoleh kristal tunggal yang lebih besar, lebih murni dan bebas dislokasi, serta struktur yang terbuka (Cejka *et al.*, 2007).

Pada sintesis hidrotermal semua reaktan dicampur dan dilarutkan dalam gel bersifat basa dalam autoklaf pada suhu yang dapat disesuaikan. Pada tahap kristalisasi, inti zeolit kristalin akan mulai tumbuh dan akhirnya semua bahan amorf diubah menjadi zeolit (Cundy *and* Cox, 2005). Pertumbuhan kristal zeolit sangat dipengaruhi oleh suhu kristalisasi. Kenaikan suhu akan meningkatkan laju nukleasi dan laju pertumbuhan kristal, khususnya laju pertumbuhan kristal selama laju nukleasi. Dengan demikian, laju pertumbuhan yang lebih tinggi akan

membentuk kristal yang lebih besar (Alipour *et al.*, 2014). Nada *et al.* (2017) telah melaporkan pengaruh variasi waktu pada sintesis ZSM-5 melalui teknik pembenihan. Sintesis dilakukan dengan menambahkan benih ZSM-5 sebanyak 0,35% ke dalam gel prekursor yang selanjutnya disintesis secara hidrotermal pada suhu 150, 165 dan 180°C selama 24 jam. Hasil diperoleh pada suhu 150°C kristal zeolit belum terbentuk, baru pada suhu 165°C kristal ZSM-5 terbentuk sepenuhnya dengan kristalinitas yang baik (92%). Pada peningkatan suhu sebesar 180°C kristalinitas yang tidak jauh berbeda.

Waktu kristalisasi juga sangat berpengaruh pada kemurnian fasa zeolit ZSM-5 yang disintesis dengan metode *seed assisted*. Hal tersebut diungkapkan oleh Nada *et al.* (2017) yang juga mempelajari pengaruh variasi waktu kristalisasi pada sintesis ZSM-5 dengan metode *seed assisted*. Sintesis dilakukan dengan menambahkan 0,35% benih ZSM-5 ke dalam gel prekursor dan disintesis pada suhu optimum (165°C) selama 10, 14, 24, dan 48 jam. Sintesis selama 10 jam menghasilkan kristalinitas ZSM-5 yang rendah (65%). Peningkatan waktu sintesis menjadi 14 dan 24 jam dihasilkan kristalinitas yang baik yaitu 98% dan 94%. Selain itu, ukuran partikel ZSM-5 yang disintesis selama 14 jam lebih kecil dibandingkan dengan yang disintesis selama 24 jam yaitu berturut-turut 260 ± 40 dan 280 ± 50 nm. Hal ini karena laju pertumbuhan akan meningkat dengan bertambahnya waktu selama sintesis hidrotermal.

2.8. Katalis

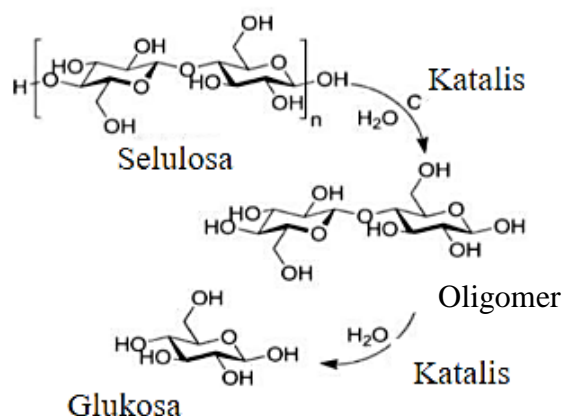
Katalis adalah zat yang dapat mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu tanpa mengubah besarnya energi secara kimiawi pada akhir reaksi. Katalis berperan dalam reaksi, tetapi bukan sebagai reaktan atau produk. Katalis akan mempercepat reaksi karena katalis berjalan dengan energi aktivasi yang lebih rendah sehingga reaksinya akan berlangsung lebih cepat (Chang, 2010).

Kemampuan suatu katalis dalam mempercepat laju reaksi dipengaruhi oleh beberapa faktor. Faktor-faktor yang mempengaruhi performa katalis antara lain yaitu (i) sifat fisik dan kimia katalis (ii) kondisi seperti temperatur, tekanan, laju alir, waktu kontak (iii) jenis padatan pendukung yang digunakan. Katalis yang

dipreparasi dengan cara-cara yang berbeda menghasilkan aktivitas serta selektivitas yang berbeda pula (Rieke *et al.*, 1997). Katalis bekerja dengan meningkatkan frekuensi tumbukan antar reaktan, mengubah arah reaktan untuk meningkatkan tumbukan efektif, dan mengurangi ikatan intermolekul antar molekul reaktan. Secara umum, katalis dibagi menjadi dua yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen merupakan katalis yang mempunyai fasa yang sama (umumnya cair) dengan reaktan dan produk, sehingga sulit jika dipisahkan serta memiliki efek yang tidak ramah lingkungan karena bersifat korosif. Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda antar reaktan dengan produk. Hal ini yang menyebabkan katalis heterogen mudah dipisahkan dari produk yang dihasilkan serta ramah lingkungan. Salah satu contoh katalis heterogen yaitu zeolit. Bila digunakan pada proses katalisis maka zeolit akan terjadi difusi molekul ke dalam ruang bebas antara kristal dan reaksi kimia juga akan terjadi di permukaan saluran tersebut (Lestari, 2010).

2.9. Reaksi Hidrolisis

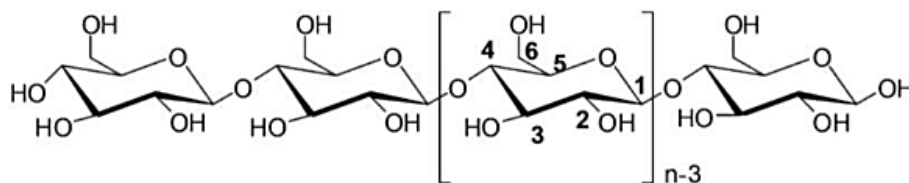
Hidrolisis adalah istilah yang berasal dari bahasa Yunani “*hidro*” yang berarti air dan “*lisis*” yang berarti memecah ikatan. Hidrolisis merupakan salah satu contoh reaksi kimia yang memecah molekul menjadi dua bagian dengan penambahan molekul air (H_2O), dengan tujuan untuk mengkonversi polisakarida menjadi beberapa monomer yang lebih sederhana. Berdasarkan fase reaksi hidrolisis dibagi dua kelompok yaitu hidrolisis fase cair dan hidrolisis fase uap. Umumnya hidrolisis terjadi saat garam dari asam lemah atau basa lemah terlarut di dalam air (Osvaldo *et al.*, 2012) dan termasuk reaksi endoterm karena memerlukan kalor (Kobayashi *et al.*, 2013). Proses hidrolisis dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain suhu reaksi, waktu reaksi, konsentrasi asam (katalis), dan kadar suspensi pati (Mastuti, 2010). Pada reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa merupakan langkah awal dari reaksi-reaksi *biorefinery* yang merupakan reaksi-reaksi penting dalam transformasi rantai selektif (Kobayashi *et al.*, 2013). Skema reaksi hidrolisis selulosa ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Skema hidrolisis selulosa menjadi glukosa (Kobayashi *et al.*, 2013)

2.9.1. Selulosa

Selulosa merupakan homopolimer yang tersusun dari subunit D-glukosa yang ditautkan satu sama lain dengan ikatan β -(1 \rightarrow 4)-glikosida dengan rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$, n adalah jumlah pengulangan unit gula atau derajat polimerisasi harganya bervariasi berdasarkan sumber selulosa dan perlakuan yang diterima. Unit penyusun (*building block*) selulosa adalah selobiosa karena unit keterulangan pada molekul selulosa adalah 2 unit gula (D-glukosa). Struktur yang linier menyebabkan selulosa bersifat kristalin dan tidak mudah larut. Rantai lurus selobiosa saling berhubungan melalui ikatan hidrogen dan gaya Van Der Waals (Perez *et al.*, 2002). Adanya ikatan hidrogen serta gaya Van Der Waals menyebabkan struktur selulosa dapat tersusun secara teratur dan membentuk daerah kristalin. Disamping itu, selulosa juga membentuk struktur yang tidak tersusun secara teratur yang akan membentuk daerah nonkristalin atau *amorf*. Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 10.



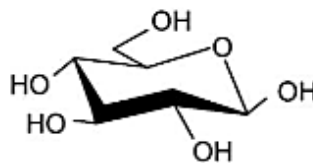
Gambar 10. Struktur selulosa (Huang *and* Fu, 2013)

Selulosa mengandung sekitar 50-90% bagian berkrystal dan sisanya bagian *amorf* (Shuangqi *et al.*, 2011). Adanya interaksi ikatan hidrogen dan gaya Van Der

Waals yang terjadi pada intramolekuler dan intermolekuler pada selulosa juga menjadikan selulosa stabil secara kimia, memiliki struktur yang kaku, dan tak larut dalam pelarut air maupun pelarut non-organik sehingga *pre-treatment* pada selulosa memainkan peranan yang penting dalam keberhasilan konversi selulosa (Gupta *et al.*, 2015).

2.9.2. Glukosa

Glukosa merupakan suatu gula monosakarida yang paling berlimpah di alam dan memiliki rumus molekul $C_6H_{12}O_6$ (Mr: 180,18 g/mol). Nama lain dari glukosa antara lain dekstrosa, D-glukosa, atau gula buah karena glukosa dapat ditemukan pada buah-buahan. Glukosa merupakan salah satu hasil utama fotosintesis dan awal bagi respirasi. Struktur glukosa ditunjukkan pada Gambar 11 berikut.



Gambar 11. Struktur glukosa (Huang *and* Fu, 2013)

Glukosa dapat diproduksi dari selulosa dengan memutus ikatan β -1,4-glikosidik melalui proses hidrolisis yakni, pemecahan suatu molekul karena pengikatan air, menghasilkan molekul-molekul yang lebih kecil (Adeks *et al.*, 2016) dengan katalis asam atau enzim (selulase). Beberapa tahun terakhir, transformasi selektif selulosa menjadi glukosa telah menarik banyak perhatian terutama dalam bidang *biorefinery* (Hu *et al.*, 2015). Hal ini karena glukosa merupakan *starting material* yang dapat dikonversi menjadi bahan bakar seperti bioetanol, biogas, ataupun bahan kimia berkualitas tinggi seperti 5-HMF dan asam levulinat (Sivamani dan Baskar, 2015). Namun penggunaan katalis asam padat pada hidrolisis selulosa tidak hanya mengubahnya menjadi glukosa tetapi juga dehidrasi glukosa menjadi 5-hidroksimetilfurfural dan produk samping lainnya, khususnya pada suhu tinggi yang biasanya diperlukan untuk mempercepat hidrolisis selulosa oleh asam padat (Zeng *and* Pan, 2020).

2.9.3. Kulit Singkong

Singkong merupakan jenis tanaman yang dapat tumbuh disembarang tempat, terutama di kawasan tropis dengan penyinaran penuh sepanjang tahun seperti Indonesia. Daya tahannya terhadap penyakit pun relatif tinggi (Sunarminto, 2015). Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (2018) ketersediaan produktivitas singkong di Provinsi Lampung dikatakan cukup besar dan cenderung mengalami peningkatan signifikan dengan peningkatan luas panen sekitar 22,99% menjadi 256,632 hektar serta laju pertumbuhan sebesar 1,5% per tahun dan jumlah panen yang mencapai sekitar 6,68 juta ton. Meningkatnya produksi yang sebanding dengan meningkatnya pengolahan singkong menyebabkan limbah yang dihasilkan semakin banyak. Singkong segar mempunyai komposisi kimia antara lain 60 kadar air, 35 pati, 2,5 serat kasar, 1 kadar protein, 0,5 kadar lemak, dan 1 kadar abu (Prabawati, 2011). Tanaman ini menjadi bahan baku paling potensial untuk diolah menjadi tepung. Proses pengolahan singkong menjadi tepung tapioka, dari 1 ton singkong menghasilkan ampas sekitar 0,1 ton (Naufalina, 2004). Dari data tersebut terlihat bahwa jumlah kulit singkong yang dihasilkan dari industri tepung tapioka cukup besar sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan lebih lanjut sehingga mengurangi pencemaran lingkungan dan meningkatkan nilai guna serta nilai ekonomisnya (Musita, 2018). Kulit singkong mengandung karbohidrat cukup tinggi. Hasil analisa awal kulit singkong yaitu mengandung 36,5% pati atau amilum (Artiyani dan Soedjono, 2011). Kulit singkong sering kali dianggap limbah yang tidak berguna oleh sebagian industri berbahan baku singkong. Oleh karena itu, bahan ini masih belum banyak dimanfaatkan dan dibuang begitu saja dan umumnya hanya digunakan sebagai pakan ternak (Salim, 2011).

Oleh sebab itu, penelitian yang telah dilakukan Widiarto (2017) membuktikan kandungan selulosa yang berada pada kulit singkong cukup menjanjikan untuk digunakan sebagai sumber selulosa. Metode ekstraksi selulosa dari kulit singkong menggunakan larutan alkali berhasil mengisolasi selulosa dengan %rendemen sebesar 17,8% dan kemurnian yang mencapai 93,24%. Selain itu, kulit singkong sendiri dapat dengan mudah ditemukan sebagai limbah dalam jumlah besar. Penggunaan kulit singkong sebagai bahan baku reaksi hidrolisis diharapkan

mampu mengoptimalkan pemanfaatan limbah kulit singkong dan meningkatkan nilai ekonomisnya.

2.10. Instrumen Karakterisasi

2.10.1. X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis XRF adalah salah satu karakterisasi untuk menganalisis komposisi senyawa kimia serta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam sampel secara kuantitatif atau kualitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan sedangkan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan (Jenkin *et al.*, 1995)

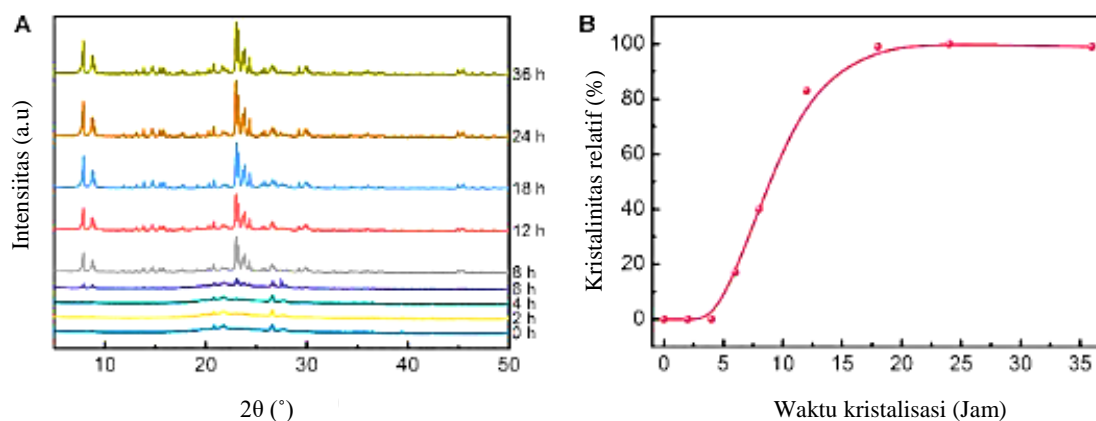
Prinsip kerja XRF adalah foton yang memiliki energi tinggi menyebabkan elektron tersebut berpindah ke lapisan kulit luarnya. Pada saat yang bersamaan, kulit dalam akan terjadi kekosongan elektron dan menyebabkan keadaan yang tidak stabil sehingga elektron dari kulit di atasnya berpindah mengisi kekosongan dengan mengemisikan sinar (*fluorescence*), dengan perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang sinar yang diemisikan sebanding dengan karakteristik dan konsentrasi dari tiap elemen. Hasilnya berupa spektrum hubungan energi eksitasi dan intensitas sinar-X. Energi eksitasi menunjukkan unsur penyusun pada sampel sedangkan intensitas menunjukkan nilai kuantitatif.

2.10.2. X-Ray Diffraction (XRD)

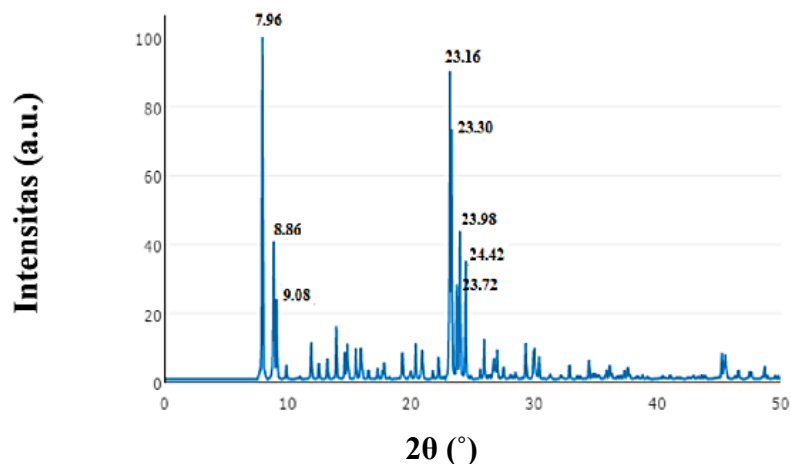
Metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X ini dilakukan oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada padatan (Indrawati, 2008). Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi bila difraksi tersebut berasal dari radiasi yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, sekitar 1 Å. Radiasi yang digunakan berupa

radiasi sinar-X, kristal, dan neutron. Saat sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka menyebabkan sebagian berkas akan diserap, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan yang terdifraksi ini yang dideteksi oleh XRD. Zeolit dianalisis menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui fasa amorf dan kristal secara kualitatif, kuantitatif, persen kristalinitas, dan struktur kristal.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Yue *et al.* (2018) telah mengkarakterisasi ZSM-5 yang disintesis zeolit alam melalui penambahan benih ZSM-5 komersil. Sintesis berlangsung secara hidrotermal pada variasi waktu kristalisasi 0-36 jam pada suhu 170°C. Berdasarkan pola difraktogram kristal ZSM-5 belum terbentuk pada 0-4 jam waktu sintesis, kemudian sintesis selama 6 jam muncul puncak karakteristik MFI pada 2θ 8.0°, 9.0°, 14.8°, 24.0°, dan 29.8° dengan intensitas rendah. Sintesis selama 18 jam menghasilkan ZSM-5 dengan kristalinitas tinggi. Kristalinitas stabil pada 24 dan 36 jam, sehingga dapat disimpulkan ZSM-5 terbentuk dengan sempurna pada pemanasan selama 18 jam. Pola difraktogram dan kurva kristalinitas terhadap waktu sintesis ditunjukkan pada Gambar 12.



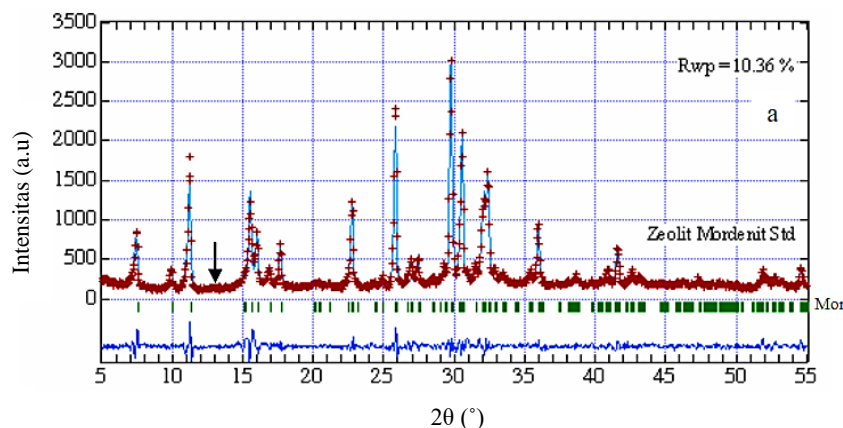
Gambar 12. Pola XRD dari (a) ZSM-5 yang disintesis pada periode waktu kristalisasi yang berbeda dan (b) kurva kinetik kristalisasi (b) (Yue *et al.*, 2018)



Gambar 13. Difraktogram standar ZSM-5 (Lestari, 2018)

Berdasarkan *International Zeolite Association (IZA)* ZSM-5 memiliki difraktogram (pola difraksi sinar X) standar yang khas dan digunakan sebagai sidik jari atau identifikasi. Difraktogram pada Gambar 13 menunjukkan bahwa ZSM-5 memiliki puncak-puncak karakteristik yaitu pada $2\theta = 7.96, 8.86, 9.08, 23.16, 23.30, \text{ dan } 23.98^\circ$ yang merupakan puncak khas dari zeolit ZSM-5.

Peneliti Hussain *and* Mohammed (2019) menggunakan teknik pertukaran ion dalam satu langkah impregnasi dibawah suhu konstan untuk mengubah Na-MOR menjadi H-MOR. Fassa XRD yang diperoleh pada puncak $2\theta = 6,57 ; 9,77 ; 19,65 ; 22,36 ; 25,72 ; \text{ dan } 26,36^\circ$ cocok dengan karakteristik puncak yang dimiliki oleh zeolit H-MOR. Kristalinitas relatif H-MOR kemudian dihitung menggunakan persamaan dan diperoleh bahwa kristalinitas yang relatif tinggi yaitu sebesar 118%. Spektra XRD standar zeolit MOR ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Difraktogram XRD zeolit-MOR (Suminta dan Las, 2006)

2.10.3. Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori merupakan faktor penentu unjuk kerja suatu adsorben. Suatu bahan padat seperti adsorben, memiliki luas permukaan yang dapat dibedakan menjadi luas permukaan eksternal (makroskopik) dan internal (mikroskopik). Luas permukaan eksternal hanya meliputi permukaan luar bahan, sedangkan luas permukaan internal meliputi semua pori-pori kecil, celah, dan rongga pada padatan (Nurwijayadi, 1998).

Teori *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) pertama kali diperkenalkan oleh Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller. Teori ini menjelaskan adsorpsi molekul gas pada permukaan zat padat. Banyaknya molekul gas yang diadsorpsi tergantung dengan luas permukaan zat padatnya. Oleh karena itu, teori BET dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat. Selain itu, metode BET juga dapat digunakan untuk menentukan porositas suatu zat padat yang berpori (Abdullah dan Khairurrijal, 2009). Teori BET digunakan untuk menghitung luas padatan tersebut menggunakan Persamaan 1 berikut:

$$S = \frac{X_m \cdot L_{av} \cdot A_m}{M \cdot v} \quad (1)$$

Keterangan :

S : Luas Permukaan Total

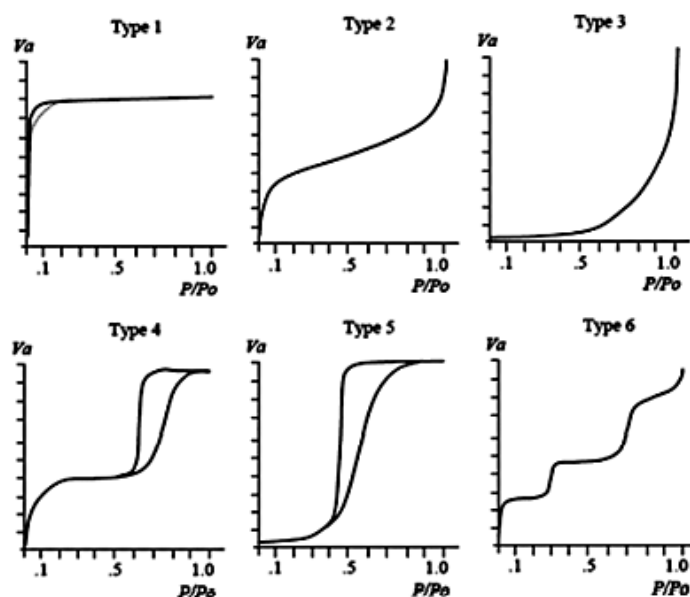
X_m : Kapasitas Monolayer

L_{av} : Bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul/mol)

A_m : Luas Penampang Adsorbat Dengan Nilai $0,162 \text{ nm}^2$ Menggunakan Adsorbat Nitrogen

M_v : Volume Molar Gas Ideal Sebesar $22,4$ liter/mol

Tipe adsorpsi isothermis pada metode BET bila volume total gas adsorpsi (V_a) diplotkan sebagai fungsi P/P_o dapat dilihat pada Gambar 15.



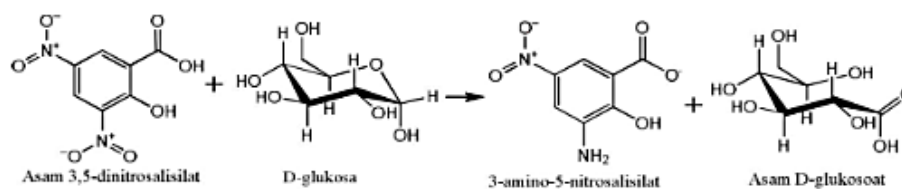
Gambar 15. Adsorpsi dan desorpsi isothermis padatan mesopori dan mikopori (Sing *et al.*, 1985)

Tipe I merupakan karakteristik bahan mikropori menunjukkan kapasitas adsorpsi yang tinggi dan cepat. Tipe II menunjukkan adsorpsi isothermis pada bahan tak berpori, sedangkan pada tipe III untuk bahan makropori. Tipe IV memiliki ciri utama yaitu adanya histeresis *loop* dan kenaikan grafik yang tinggi pada P/P_o , umumnya terdapat pada bahan mesopori seperti silika gel. Pada tipe V menunjukkan adsorpsi nitrogen yang rendah pada tekanan relatif rendah, yang mana mengindikasikan bahwa interaksi rendah antara adsorbat dengan adsorben. Tipe VI sangat jarang ditemukan, tipe ini dapat dihasilkan pada nitrogen yang diadsorpsi pada karbon spesial (Sing *et al.*, 1985).

2.10.4. Spektrofotometer *UV-Vis*

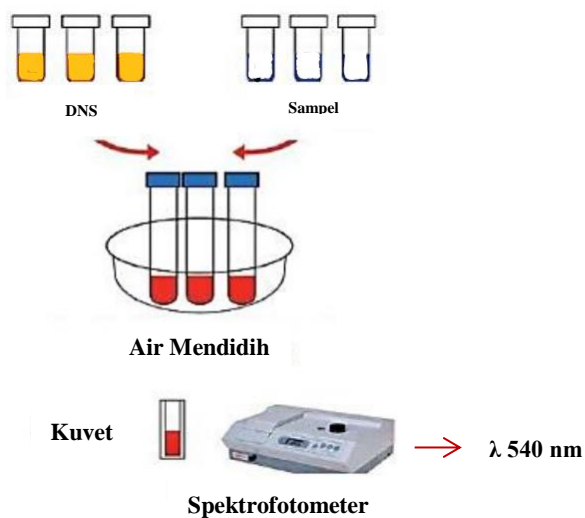
Spektrofotometer *UV-Vis* adalah alat untuk mengukur transmittansi atau absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrofotometer *UV-Vis* menggunakan dua buah sumber cahaya yang berbeda, yaitu sumber cahaya UV menggunakan lampu Hidrogen atau Deuterium dan sumber cahaya tampak menggunakan lampu Tungsten. Prinsip kerja dari alat ini yaitu cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan terdapat pula dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan tersebut kemudian diterima oleh detektor. Detektor lalu akan menghitung 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 (Khopkar, 2008).

Gula reduksi dapat diuji dengan metode dinitrosalisilat (DNS) dengan glukosa sebagai larutan standar. DNS akan bereaksi dengan gugus karbonil bebas dari gula reduksi pada kondisi basa, dan membentuk asam 3-amino-5-nitrosalisilat, yaitu sebuah senyawa aromatik dengan panjang gelombang maksimum 540 nm, kemudian kadar gula reduksi dianalisis secara kuantitatif dengan spektrofotometer *UV-Vis*. Berikut skema reaksi DNS dengan glukosa ditunjukkan oleh Gambar 16.



Gambar 16. Reaksi DNS dengan glukosa (Karima, 2016)

Ilustrasi pengukuran glukosa dengan menggunakan spektrofotometer ditunjukkan pada Gambar 17.



Gambar 17. Ilustrasi analisis glukosa (Xia *et al.*, 2015)

Dalam metode ini, sampel glukosa dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan dengan larutan DNS kemudian dipanaskan dalam penangas air hingga mendidih. Setelah itu didinginkan dalam air dan dimasukkan ke dalam kuvet untuk diukur spektrum serapannya menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Hasil analisis yang keluar dari hasil pengukuran menggunakan spektrofotometri UV-Vis adalah berupa grafik absorbansi ataupun transmitansi terhadap panjang gelombang (Xia *et al.*, 2015). Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, intensitas cahaya dari sumber akan secara kuantitatif berkaitan dengan jumlah cahaya yang diserap oleh sampel (absorbansi).

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Oktober 2022 – Agustus 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November, *BrunauerEmmet-Teller* (BET) dilakukan di Pusat Penelitian Kimia LIPI Jakarta, dan Spektrofotometer *Ultra Violet- Visible* (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, oven, gelas kimia, gelas ukur, spatula, termometer, corong kaca, *hotplate stirrer*, Erlenmeyer, tanur, *spinbar* besar dan kecil, batang pengaduk, cawan penguap, labu ukur, botol polipropilen, seperangkat autoklaf, mortal dan alu, pipet tetes, sentrifus, saringan 200 Mesh, blender, pH meter, kertas saring, desikator, *X-Ray Diffraction* (XRD) *PANALytical type XPert MPD diffractometer*, dan *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) *Micromeritics TriStar II 3020 Version 2.00*.

Bahan yang diperlukan dalam mensintesis zeolit diantaranya silika LUDOX (® HS-40 *colloidal silica*-Aldrich), larutan natrium hidroksida sintesis (NaOH 50% (w/w)), tepung tapioka, aluminium hidroksida $\text{Al}(\text{OH})_3$, dan akuades. Sedangkan bahan-bahan untuk uji aktivitas katalitik antara lain ammonium nitrat (NH_4NO_3 99%), kulit singkong, larutan iodin, kalsium karbonat (CaCO_3), NaOH 4%, dan pereaksi asam 3,5-dinitrosalisilat (DNS) 1%.

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Sintesis ZSM-5 dan MOR Pori Hirarki

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis ZSM-5 dan MOR pori hirarki dengan metode hidrotermal, dilakukan penambahan tepung tapioka sebagai agen pengarah mesopori, sehingga pada kristal zeolit akan tercetak porositas tambahan dengan ukuran meso. Selain itu, penambahan benih bertujuan sebagai pemicu tumbuhnya kristal zeolit yang menggantikan fungsi cetakan organik dalam proses pertumbuhan kristal zeolit. Sebagai pembanding terhadap sintesis ZSM-5 dan sintesis MOR dari silika LUDOX dilakukan sintesis tanpa biomesoporogen.

1. Sintesis Benih ZSM-5

Pada penelitian ini sintesis benih ZSM-5 dilakukan dengan metode konvensional menggunakan silika LUDOX dengan penambahan sumber alumina $\text{Al}(\text{OH})_3$. Benih ZSM-5 disintesis dengan perbandingan molar pereaksi 1SiO_2 : 0,248 $\text{Al}(\text{OH})_3$: 0,229 NaOH: 0,240 TPABr: 30,000 H_2O (Putri,2021). Semua prekursor yang digunakan dibuat dalam bentuk gel dan dikonversi menjadi kristal zeolit melalui proses hidrotermal. Sintesis benih ZSM-5 ini dilakukan pada suhu 170°C selama 120 jam. Secara rinci komposisi molar dari masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Tabel 2. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis benih ZSM-5

Komposisi	SiO_2	NaOH	H_2O	$\text{Al}(\text{OH})_3$	TPABr
Molar	1	0,229	30,000	0,248	0,24
MW (g/mol)	60	40	18	78	266,26
ρ (g/mL)	-	-	-	-	-
W (g)	60	9,173	540	19,344	63,90

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

Pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Putri (2020) komposisi campuran pada Tabel 2 diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam agar campuran homogen dan membentuk gel pada suhu 80°C , kemudian dipindahkan ke dalam teflon-autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal dengan suhu 170°C selama 120 jam. Selanjutnya *crude* produk disaring dan dicuci

dengan akuades. Padatan hasil sintesis dikeringkan dengan oven pada suhu 90°C selama 2 jam. Untuk menghilangkan sisa cetakan organik dilakukan kalsinasi dengan cara dipanaskan dalam tanur pada suhu 550°C selama 6 jam.

Tabel 3. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis benih ZSM-5

Bahan	ρ (g/ml)	Kemurnian	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (g)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	100	60,08	150,00	7,6560
Al(OH) ₃	-	100	78	9,672	0,4937
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	18,347	0,9364
TPABr	-	100	266,26	63,902	3,2616
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	9,173	-
H ₂ O ditambahkan	-	-	18	530,83	27,0932

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

2. Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika LUDOX menggunakan Biomesoporen dengan Metode Hidrotermal

Pada penelitian ini ZSM-5 pori hirarki berbasis silika LUDOX disintesis secara hidrotermal dengan perbandingan molar pereaksi yaitu 1 SiO₂: 0,0667 Al₂O₃: 0,45 NaOH: 30 H₂O (Che *et al.*, 2019). Secara rinci komposisi molar masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 4 dan Tabel 5.

Tabel 4. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika LUDOX

Komposisi	SiO ₂	NaOH	H ₂ O	Al ₂ O ₃
Molar	1	0,45	30	0,0667
MW (g/mol)	60	40	18	102
ρ (g/mL)	1,3	1,515	-	-
W (g)	60	10	540	6,80

Tabel 5. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika LUDOX

Bahan	ρ (g/ml)	Kemurnian	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (g)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	40	60	150,20	8,7868
NaAlO ₂	-	100	81,97	5,47	0,3198
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	20	1,1700
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	13,40	-
Tepung tapioka	-	-	-	-	0,2190
H ₂ O dibutuhkan	9	-	18	422,62	24,7230
Benih ZSM-5 15% dari SiO ₂	-	-	-	-	0,5300

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

Sintesis ZSM-5 pori hirarki diawali dengan menimbang NaOH 50% (w/w), lalu dimasukkan ke dalam gelas beaker, kemudian ditambahkan Al(OH)₃ diaduk hingga homogen (\pm 1 jam). Larutan aluminat ini selanjutnya dimasukkan tetes demi tetes ke dalam botol propilen yang telah berisi campuran silika LUDOX dan akuades. Kemudian campuran diaduk pada suhu 80°C selama 1 jam dengan *magnetic stirrer* hingga terbentuk gel. Setelah semua terlarut, tepung tapioka sebanyak 5% dari berat silika ditambahkan lalu diaduk kembali tanpa pemanasan. Gel yang terbentuk selanjutnya ditambahkan benih ZSM-5 sebanyak 15% dan dihomogenkan kembali selama 24 jam. Setelah itu, dimasukkan dalam teflon-autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal selama 6 hari pada suhu 180°C. Padatan hasil sintesis dikeringkan ke dalam oven pada suhu 105°C sampai kristal terbentuk dan selanjutnya dikalsinasi dalam tanur pada suhu 550°C selama 6 jam. Selanjutnya dilakukan perlakuan yang sama sintesis ZSM-5 tanpa biomesoporogen sebagai pembanding.

3. Sintesis MOR Pori Hirarki Berbasis Silika LUDOX menggunakan Biomesoporogen dengan Metode Hidrotermal

Pada penelitian ini MOR pori hirarki berbasis silika LUDOX disintesis secara hidrotermal dengan perbandingan molar pereaksi yaitu 1 SiO₂:0,0667 Al₂O₃: 0,45

NaOH: 30 H₂O (Che *et al.*, 2019). Secara rinci komposisi molar masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 6 dan Tabel 7.

Tabel 6. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis MOR dari silika LUDOX

Komposisi	SiO ₂	NaOH	H ₂ O	Al ₂ O ₃
Molar	1	0,45	30	0,0667
MW (g/mol)	60	40	18	102
ρ (g/mL)	1,3	1,515	-	-
W (g)	60	10	540	6,80

Tabel 7. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis MOR dari silika LUDOX

Bahan	ρ(g/ml)	Kemurnian	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoklaf (g)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	40	60	150,20	4,3175
NaAlO ₂	-	100	81,97	5,47	0,1600
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	20	0,5892
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	13,40	-
Tepung tapioka	-	-	-	-	0,2201
H ₂ O dibutuhkan	9	-	18	422,62	12,3765

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

Pada sintesis MOR dilakukan langkah-langkah yang sama seperti sintesis ZSM-5, namun perbedaannya tidak menggunakan benih sebagai *template* organik.

Kemudian sebagai pembanding dilakukan sintesis MOR tanpa biomesoporogen.

3.3.2. Karakterisasi ZSM-5 dan MOR Pori Hirarki

Hasil sintesis ZSM-5 dan MOR pori hirarki berbasis silika LUDOX dengan biomesoporogen dikarakterisasi menggunakan beberapa analisis yaitu analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui jenis fasa zeolit yang terbentuk dan analisis penentuan luas permukaan dan ukuran pori zeolit hasil sintesis ditentukan dengan menggunakan metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET).

3.3.3. Persiapan Katalis H-ZSM-5 dan H-MOR

ZSM-5 dan MOR berbasis silika LUDOX dimodifikasi menjadi katalis menggunakan metode pertukaran ion (*ion exchange*) berdasarkan metode yang telah dilakukan oleh Zhao *et al* (2019). Sebanyak 1 g masing-masing zeolit ZSM-5 dan MOR dicampurkan dengan 100 mL larutan NH_4NO_3 1 M sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 48 jam dan dilakukan penggantian larutan NH_4NO_3 1 M setiap 24 jam. Setelah itu, campuran yang didapat kemudian disaring dan dicuci akuades, lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam (Zhao *et al.*, 2019).

3.3.4. Uji Aktivitas Katalitik

1. Konversi Selulosa dari Kulit Singkong

Kulit singkong yang digunakan sebagai sumber selulosa pada penelitian ini diperoleh dari Sentra Oleh-Oleh di Jalan PU Bandar Lampung. Langkah pertama, kulit singkong dipisahkan dari kulit terluarnya kemudian dicuci dengan air hingga bersih. Selanjutnya, dihancurkan dengan *blender* hingga menjadi bubur dan dikeringkan dengan sinar matahari. Bubur kulit singkong yang sudah kering kemudian ditumbuk dengan mortar agar diperoleh serbuk yang lebih halus. Selanjutnya, diberi perlakuan secara alkali untuk memurnikan selulosa dengan menghilangkan lignin dan hemiselulosa.

Sebanyak 10 g serbuk kulit singkong dimasukkan ke dalam gelas *beaker* yang berisi 200 mL larutan NaOH 4% dan diaduk pada suhu 90°C selama 2 jam. Kemudian, kulit singkong dibilas dengan akuades berulang hingga pH netral. Residu yang diperoleh selanjutnya melalui proses *bleaching* dengan ditambahkan larutan NaOCl 4% sebanyak 100 mL sambil diaduk konstan menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu 80°C selama 1 jam. Residu yang diperoleh dibilas menggunakan akuades sampai pH netral dan dikeringkan dengan metode *freeze drying* selama 24 jam untuk pengeringan maksimal. Selanjutnya, padatan yang diperoleh berupa serbuk selulosa disimpan dalam desikator untuk mencegah penyerapan air dari udara (Widiarto *et al.*, 2017).

2. Hidrolisis Selulosa

Pada penelitian ini telah dilakukan uji katalitik terhadap katalis H-ZSM-5 dan H-MOR pori hirarki pada reaksi hidrolisis yang diujikan sebanyak 0,03 g dari masing-masing katalis dicampur dengan 0,05 g tepung selulosa kulit singkong yang telah diperoleh. Campuran ditumbuk dengan metode *mix-milling* seperti yang telah dilakukan oleh Intaramas *et al.* (2018) menggunakan mortar dan alu selama 24 jam. Selanjutnya, ke dalam teflon-autoklaf berukuran 50 mL ditambahkan 5 mL akuades yang diikuti dengan penambahan campuran (proses *mix-milling*) yang telah ditumbuk dan dimasukkan ke dalam oven untuk dilakukan reaksi hidrolisis pada suhu tertentu. Kemudian setelah proses hidrolisis selesai, larutan tersebut didinginkan dan dipisahkan dari endapannya menggunakan kertas saring. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis gula pereduksinya. Suhu, waktu, dan jumlah katalis hidrolisis optimum yang digunakan diperoleh setelah dilakukan variasi berikut.

A. Penentuan Suhu Reaksi Optimum

Pada penelitian ini dilakukan uji aktivitas katalitik H-ZSM-5 dan H-MOR pori hirarki terhadap reaksi hidrolisis. Reaksi hidrolisis dilakukan dengan menggunakan metode yang telah dilakukan oleh Kanpichcha *et al.* (2018). Variasi suhu yang digunakan ialah, 120°C, 130°C, 140°C, 150°C, dan 160°C. Suhu optimum merupakan suhu yang diperoleh dengan produk gula pereduksi tertinggi dan digunakan untuk penentuan waktu reaksi optimum.

B. Penentuan Waktu Reaksi Optimum

Waktu reaksi merupakan faktor yang menentukan laju reaksi hidrolisis. Kondisi optimum yang diperoleh dari variabel suhu optimum digunakan untuk menentukan waktu reaksi optimum. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kanpichcha *et al.* (2018) variasi waktu yang digunakan adalah 2, 3, 4, 5, dan 6 jam. Kondisi optimum yang didapat dari waktu reaksi digunakan untuk menentukan jumlah katalis optimum.

C. Penentuan Jumlah Katalis Optimum

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Kanpichcha *et al.* (2018), variasi jumlah katalis zeolit H-ZSM-5 dan H-MOR yang digunakan ialah 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; dan 0,05 g.

3.3.5. Analisis Gula Pereduksi

Pembuatan kurva standar glukosa dilakukan sebelum gula pereduksi dianalisis. Pada sampel filtrat yang akan dianalisis gula pereduksinya, filtrat hasil hidrolisis diuji dengan metode DNS untuk menentukan kadar gula pereduksi dalam sampel. Sebanyak 1 mL sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2 mL akuades dan 1 mL reagen DNS, kemudian dihomogenkan. Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil dan dipanaskan dalam *waterbath* selama 10 menit. Sampel kemudian didinginkan hingga suhu ruang. Selanjutnya, sampel dianalisis dengan spektrofotometer *UV-Vis* untuk mendapatkan absorbansi pada panjang gelombang 540 nm (Miller, 1959). Kadar gula reduksi dalam sampel dihitung menggunakan persamaan garis yang didapatkan dari kurva standar, yaitu $y = a + bx$, dimana y adalah absorbansi sampel (nm), x konsentrasi sampel (mg/L), a merupakan *intersep*, dan b adalah *slope*.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan bahwa :

1. ZSM-5 dan MOR pori hirarki dengan biomesoporogen serta tanpa biomesoporogen berhasil disintesis menggunakan metode preparasi gel prekursor secara hidrotermal dengan bantuan benih pada zeolit ZSM-5, ditandai dengan kemiripan pola difraksi dengan standar IZA ZSM-5 dan MOR.
2. ZSM-5 dan MOR dengan biomesoporogen berhasil disintesis membentuk zeolit pori hirarki dengan luas permukaan mesopori masing-masing sebesar 179,79 dan 176,32 m²/g serta ukuran pori masing-masing sebesar 3,6 dan 2,14 nm.
3. Tepung kulit singkong dapat dijadikan bahan baku utama penghasil glukosa pada reaksi hidrolisis menggunakan katalis heterogen yaitu zeolit.
4. Kondisi optimum reaksi hidrolisis selulosa kulit singkong menggunakan katalis H-ZSM-5 dan H-MOR yang diperoleh yaitu pada suhu 140°C selama 3 jam dengan perbandingan (katalis : selulosa) ialah 0,03:0,05 g.
5. H-ZSM-5 dan H-MOR pori hirarki dengan biomesoporogen memiliki aktivitas katalitik yang lebih baik daripada tanpa biomesoporogen dengan hasil konversi selulosa masing-masing sebesar 62,2 dan 48,8% sehingga dapat dijadikan alternatif katalis untuk reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dan hasil yang telah diperoleh, maka disarankan untuk meningkatkan aktivitas katalitik ZSM-5 dan MOR pori hirarki dengan biomesoporogen hasil sintesis melalui modifikasi zeolit lanjutan. Selain itu, kulit singkong yang dikonversi menjadi glukosa juga perlu dilakukan uji kadar kemurnian selulosa agar dapat dipastikan kemurniannya untuk menghasilkan konversi reaksi hidrolisis yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., dan Khairurrijal, K. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Journal Nano Saintek*. 2 (1):1–9
- Abdulridha, S., Jiang, J., Xu, S., Zhou, Z., Liang, H., Mao, B., Zhou, Y., Garforth, A. A., Jiao, Y., and Fan, X. 2020. Cellulose Nanocrystals (CNCs) as Hard Templates for Preparing Mesoporous Zeolite Y Assemblies With High Catalytic Activity. *Green Chemistry*. 22 (15): 5115–5122.
- Alipour, S. M., Halladj, R., and Askari, S. 2014. Effects of The Different Synthetic Parameters on The Crystallinity and Crystal Size of Nanosized ZSM-5 Zeolite. *Reviews in Chemical Engineering*. 30 (3): 289–322.
- Alotibi, M. F., Alshammari, B. A., Alotaibi, M. H., Alotaibi, F. M., Alshihri, S., Navarro, R. M., and Fierro, J. L. G. 2020. ZSM-5 Zeolite Based Additive in FCC Process: A Review on Modifications for Improving Propylene Production. *Catalysis Surveys from Asia*. 24:1-10.
- Bai, R., Song, Y., Li, Y., and Yu, J. 2019. Creating Hierarchical Pores in Zeolite Catalysts. *Trends in Chemistry*. 1 (6): 601–611.
- Bragmann, C.P. and M.R.F. Goncalves. 2006. Thermal Insulators Made with Rice Husk Ashes: Production and Correlation Between Properties and Microstructure. Department of Materials. *School of Engineering. Federal University*. Brasil. 21 (12): 2059-2069.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Wiley & Sons. New York. 30-32.
- Cejka, J., Bekkum, H., Corma, A., and Schuth, F. 2007. *Introduction of Science and Practice*. Elsevier Science. Online.
- Charisma, J., Idiawati, N. dan Destiarti, L. 2016. Bioadsorpsi Pb^{2+} oleh Pati Singkong (*Manihot Utilissima Pohl*) Terfosforilasi. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 5(2)
- Che, Q., Yang, M., Wang, X., Yang, Q., Chen, Y., Chen, X., Chen, W., Hu, J., Zeng, K., Yang, H., and Chen, H. 2019. Preparation of Mesoporous ZSM-5 Catalysts Using Green Templates and Their Performance in Biomass Catalytic Pyrolysis. *Bioresource Technology*. 289: 121729.

- Cundy, C. S., and Cox, P. A. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism. *Microporous and Mesoporous Materials*. 82: 1–78.
- Della, V.P., I. Kuhn, and D. Hotza. 2002. Rice Husk Ash an Alternate Source For Active Silika Production. *Materials Letters*. 57: 818-821.
- Erika, C. 2010. Produksi Pati Termodifikasi dari Beberapa Jenis Pati. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan*. 7 (3): 130-137.
- Ertan, A., and Çakıcıoğlu-ÖZKAN, F. 2005. CO₂ and N₂ Adsorption on the Acid (HCl, HNO₃, H₂SO₄ and H₃PO₄) Treated Zeolites. *Adsorption*, 11(1), 151– 156.
- Flanigen, E. M., Broach, R. W., and Wilson, S. T. 2010. Introduction. *Zeolites in Industrial Separation and Catalysis*. 1–26.
- Hamidzadeh, M., et al. 2018. Seed-induced synthesis of ZSM-5 aggregates using the Silicate-1 as a seed: Characterization and effect of the Silicate-1 composition. *Microporous dan Mesoporous Material*. 18(3): 1-39.
- Hartanto, D., Purbaningtias, T, E., Fansuri, H., dan Didik Prasetyoko. 2011. Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-5 yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging. *Jurnal Ilmu Dasar*. 12 (1) : 80-90.
- Hidayat, A. E., Moersidik, S. S., dan Adityosulindro, S. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Hidroksi Sodalit dari Limbah Padat Abu Layang PLTU 42 Batubara. Reka Buana : *Jurnal Ilmiah Teknik Sipil Dan Teknik Kimia*, 4(2), 9.
- Hincapie, B. 2004. Synthesis of Mordenit Nanocrystals. *Microporous and Mesoporous Materials*. 67(1): 19-26.
- Hu, L., Lin, L., Zhen, W., Shouyong, Z., and Shijie, L. 2015. Chemocatalytic Hidrolysis of Cellulosa into Glucose Over Solid Acid Catalyst. Review. *Applied Catalysis B : Environmental*. 174 : 225-243.
- Ilias, S, Khare, R., Malek A., and Bhan, A. A. 2013. Descriptor for The Relative Propagation of The Aromatic and Olefin Based Cycles in Methanol-tohydrocarbons Conversion on H-ZSM-5. *Journal Catalysis*. 303: 135–140.
- Indrawati, L. (2008). *Aktivasi Abu Layang Batubara Dan Aplikasinya Pada Proses Adsorpsi Ion Logam Cr Dalam Limbah Elektroplating*. Universitas Negeri Semarang.
- Intaramas, K., Jonglertjunya, W., Laosiripojana, N., and Sakdaronnarong, C. 2018. Selective Conversion of Cassava Mash to Glucose Using Solid

Acid Catalysts by Sequential Solid State Mix-milling Reaction and Thermo-Hydrolysis. *Energy*. 149 : 837-847.

- Isvandary, S., Tjahjani., S., dan Amaria. 2020. Pemanfaatan Zeolit Alam untuk meningkatkan kemurnian bioethanol dari singkong karet (*Manihot glaziovii*). *UNESA Journal of Chemistry*. 9 (1).
- Javdani, A., Ahmadpour, J., and Yaripour, F. 2019. Microporous and Mesoporous Materials Nano-Sized ZSM-5 Zeolite Synthesized Via Seeding Technique for Methanol Conversions : A Review. *Microporous and Mesoporous Materials*. 284: 443–458.
- Jha, B., and Singh, D.N. 2012. Zeolitization Characteristics of a Fly Ash from Wet and Dry Disposal System. *Acta Geotechnica Slovenica*. 2 (2012) : 63-71.
- Jia, X., Khan, W., Wu, Z., Choi, J., and Yip, A. C. K. 2019. Modern Synthesis Strategies for Hierarchical Zeolites: Bottom-Up Versus Top-Down Strategies. *Advanced Powder Technology*. 30 (3): 467–484.
- Julbe, A., and Drobek, M. 2016. ZSM-5 Zeolites Membrane. *Encyclopedia of Membranes*. 2079-2080.
- Kadja, G. T.M., Rilyanti, M., Mukti, R. Rino I. Nyoman, M., dan Ismunandar. 2013. Strategi Sintesis Zeolit Pori hirarki: Kajian Metode Cetak Lunak dan Cetak Keras. *Jurnal Matematika & Sains*. 18 (3): 103–114.
- Kadja, G.T.M., Mukti. R. Rino, Liu, Z., Rilyanti, M., Ismunandar., I. Nyoman, M. Masaru, O., Toru, W., and Tatsuya,O. 2016. Mesoprogen-free Synthesis of Hierarchically porous ZSM-5 below 100°C. *Microporous and Mesoporous Materials*. 226: 344-352.
- Kalapathy, U., Proctor, A., and Shultz, J. 2002. An Improved Method for Production of Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. 85 (1): 285–289.
- Kanpichcha, I., 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 : 827-847.
- Kobayashi, H., Mizuho, Y., Tasuku, K., Kenji, H., Ichiro, F., and Atsushi, F. 2013. High Yielding One-Pot Synthesis of Glucose from Cellulose Simple Activated Carbons and Trace Hydrochloric Acid. *American Chemical Society Catalysis*. 3: 581-587.
- Kokotailo, G. T., Lawton, S. L., and Olson D H, Meier W M. 1978. *Structure of synthetic zeolite ZSM-5*. *Nature*. 272: 437–438.

- Król, M. 2020. Natural vs. Synthetic zeolites. *Crystals*. 10 (7): 1–8
- Kurniasari, L., Djaeni, M., dan Purbasari, A. 2011. Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Adsorben Pada Alat Pengering Bersuhu Rendah. *Jurnal Reaktor*. 13 (3): 178-184.
- Lestari, D. T. 2018. *Sintesis ZSM-5 (Zeolite Secony Mobile-5) Pori Hirarki dari Silika Abu Ampas Tebu (Sugarcane Bagasse Ash) Menggunakan Metode Solid-State Conversion dengan Penambahan Benih ZSM-5. (Skripsi)*. Jurusan Kimia FMIPA. Universitas Lampung. Lampung.
- Lestari, D.Y.2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia*. 1: 5-6.
- Li, K.,Valla, J., and Garcia-Martinez, J. (2014). Realizing the Commercial Potential of Hierarchical Zeolites: New Opportunities in Catalytic Cracking. *ChemCatChem*. 6(1).46–66.
- Masina, N., Choonara, Y. E., Kumar, P., du Toit, L. C., Govender, M., Indermun, S., and Pillay, V. 2017. A Review of the Chemical Modification Techniques of Starch. *Carbohydrate Polymers*. 157: 1226– 1236.
- Mignoni, M.L., Petkowicz, D. I., Nadia, R.C., Machado, F., and Pergher, S. B. 2008. Synthesis of Mordenite using Kaolin as Si and Al Source. *Applied Clay Science*. 41 (2) : 99-104.
- Mohammadparast, F., Halladj, R., and Askari, S. 2015. The Crystal Size Effect of Nano-Sized ZSM-5 in the Catalytic Performance of Petrochemical Processes: A Review. *Chemical Engineering Communications*. 202(4):542–556.
- Moshoeshoe, M., Silas, N. M., and Obuseng, V. 2017. A Review of the Chemistry, Structure, Properties and Applications of Zeolites. *American Journal of Materials Science*. 7 (5): 196–221.
- Nada, M. H., and Larsen, S. C. 2016. Insight Into Seed-Assisted Template Free Synthesis of ZSM-5 Zeolites. *Microporous and Mesoporous Materials*. 80: 444–452.
- Nandan, D., Saxena, S. K., and Viswanadham, N. 2014. Synthesis of Hierarchical ZSM-5 Using Glucose as A Templating Precursor. *Journal of Materials Chemistry*. 2 (4): 1054–1059.
- Nishu, Liu, R., Rahman, M. M., Sarker, M., Chai, M., Li, C., and Cai, J. 2020. A Review on the Catalytic Pyrolysis of Biomass for the Bio-oil

- Production with ZSM-5: Focus On Structure. *Fuel Processing Technology*. 199(20):106-301.
- Onda, A., Ochi, T., and K, Yanagisawa. 2008. Selective Hydrolysis of Cellulose Into Glucose Over Solid Acid Catalysts. *Green Chemistry*. 10 (10): 1333-1037.
- Perez, R. J., Verboekend, D., Bonilla, A., and Abello, S. 2009. Zeolite Catalysts with Tunable Hierarchy Factor by Pore-Growth Moderators. *Advanced Functional Materials*. 19 (24): 3972-3979.
- 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.
- Poerwadi, B. 1995. *Pemanfaatan Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben Limbah Cair dan Media Fluiditas dalam Kolom Fluidisasi*. MIPA.
- Qian, M., Lei, H., Villota, E., Zhao, Y., Huo, E., and Wang, C. 2020. Nanocrystalline Cellulose Templating For Conversion of Lignocellulosic Biomass to Aromatic Hydrocarbons. *Written for presentation at the 2020 ASABE*. 21134: 2-10.
- Ren, S., Gong, C., Zheng, P., Guo, Q., and Shen, B. 2016. Synthesis of Flammulina-like Mordenite Using Starch As Template and High Catalytic Performance in Crack of Wax Oil. *Journal Fuel*. 166 : 347-351.
- Rieke, F., Warland, D., de Ruyter van Steveninck, R., and Bialek W. 1997. *Spikes: Exploring the Neural Code*. MIT Press.
- Rilyanti, M., Mukti, R. R., Kadja, G. T. M., Ogura, M., Nur, H., 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.
- Sabarish, R., and Unnikrishnan, G. 2019. Synthesis, Characterization and Evaluations of Micro/Mesoporous ZSM-5 Zeolite Using Starch as Bio Template. *Applied Sciences*. 1 (9): 2-8.
- Sembiring, S dan Simanjuntak, W. 2015. *Silika Sekam Padi; Potensinya Sebagai Bahan Baku Keramik Industri*. Plantaxia.
- Setyawan, P. H. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis. *Jurnal Ilmu Dasar*. 3(2); 103-109.

- Sing, K. S., Everett, D. H., Haul, R. A., Moscou, R. A., Pierotti, J., Rouquerol, and Siemieniowska. 1985. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity. *Pure Applied Chemistry*. 57 (1): 603–619.
- Sunardi, S. P. 2006. 116 *Unsur Kimia Deskripsi dan Pemanfaatannya*. Yrama Widya. Bandung.
- Sutarti, M dan M, R. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi LIPI. Jakarta.
- Tao, H., Li, C., Ren, J., Wang, Y., and Lu, G. (2011). Synthesis of Mesoporous Zeolite Single Crystals with Cheap Porogens. *Journal of Solid State Chemistry*. 184(7): 1820–1827.
- Taufiqurrahmi, N., Mohamed, A.R. and Bhatia, S. 2011. Nanocrystalline Zeolite Beta and Zeolite Y as Catalyst in Used Palm Oil Cracking for the Production of Biofuel. *Journal Nanopartikel*. 13: 3177-3189.
- Veses, A., Puértolas, B., López, J. M., Callén, M. S., Solsona, B., and García, T. 2016. Promoting Deoxygenation of Bio-Oil by Metal-Loaded Hierarchical ZSM -5 Zeolites. *ACS Sustainable Chemical and Engineering*. 1:1-8.
- 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 Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 176 (2017) 012-052.
- Xu, R., Wenqin, P., and Jihong, Y. 2007. *Chemistry of Zeolites and Related Porous Material—Synthesis and Structure*. John Wiley & Sons. Singapore.
- Yaripour, F., Shariatnia, Z., Sahebdehfar, S., and Irandoukht, A. 2015. Journal of Natural Gas Science and Engineering Conventional Hydrothermal Synthesis of Nanostructured H-ZSM-5 Catalysts Using Various Templates for Light Olefins Production From Methanol. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 22: 260–269.
- Yusri, S, 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Zeolit ZSM-5 Mesopori dengan Secondary Template dan Studi Awal Katalis Oksidasi Metana (Skripsi)*. Universitas Indonesia. Depok. 1-43.
- Zhang, Y., H, Luyang., H, Jiecai., J, Zehui., and Yufeng, Z. 2010. Soluble Scaffolds With Uniaxial Aligned Channel Structure for In Situ Synthesis of Hierarchically Porous Silica Ceramics. *Microporous and Mesoporous Materials*. 130 (1-3): 327-332.