

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT PORI HIRARKI
MENGUNAKAN MESOPOROGEN TEPUNG MAIZENA SERTA UJI
KATALITIK PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA KULIT
SINGKONG**

(Skripsi)

Oleh

Nafisa Hidayatur Rahma



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2024**

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT PORI HIRARKI MENGUNAKAN MESOPOROGEN TEPUNG MAIZENA SERTA UJI KATALITIK PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA KULIT SINGKONG

Oleh

Nafisa Hidayatur Rahma

Pada penelitian ini dilakukan pemanfaatan salah satu potensi limbah biomassa yang cukup melimpah di Provinsi Lampung yaitu kulit singkong sebagai sumber selulosa dalam uji aktivitas katalitik *Zeolite Secony Mobile-5* (ZSM-5) dan *Mordenite* (MOR). Tahapan awal pada penelitian yang telah dilakukan yaitu mensintesis ZSM-5 dan MOR yang dimodifikasi menjadi zeolit pori hirarki menggunakan mesoporogen tepung maizena dengan metode hidrotermal pada suhu 180°C selama 144 jam kemudian sebagai pembanding disintesis ZSM-5 dan MOR tanpa bio-mesoporogen. Selanjutnya, dilakukan uji aktivitas katalitik ZSM-5 dan MOR pada reaksi hidrolisis selulosa dengan sebelumnya dilakukan terlebih dahulu proses pertukaran ion menjadi bentuk H-ZSM-5 dan H-MOR. Zeolit ZSM-5 dan MOR pori hirarki telah berhasil disintesis. Hal ini, dibuktikan dari hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) ZSM-5 pori hirarki dan MOR pori hirarki yang memiliki puncak difraktogram sama terhadap puncak difraktogram standar dengan perolehan masing-masing diameter pori dari hasil analisis *Brunauer–Emmett–Teller* (BET) sebesar 1,7 nm dan 9 nm. Hasil karakterisasi XRD zeolit ZSM-5 pori hirarki dan MOR pori hirarki menunjukkan persen kristalinitas sebesar 66,43% dan 50% serta tanpa mesoporogen sebesar 67,2% dan 68%. Kondisi optimum reaksi hidrolisis kulit singkong menggunakan katalis H-ZSM-5 dan H-MOR pada suhu 140°C selama 4 jam dengan perbandingan rasio (selulosa : katalis) sebesar (5 : 3). Hasil katalitik terbaik diperoleh dari penggunaan H-ZSM-5 dan H-MOR menggunakan mesoporogen dengan persen konversi selulosa paling tinggi sebesar 63,4% untuk H-ZSM-5 dan 74% untuk H-MOR.

Kata Kunci : mesoporogen, ZSM-5 pori hirarki, H-MOR pori hirarki, hidrolisis, kulit singkong.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HIERARCHICAL PORE ZEOLITE USING MAIZENE FLOUR MESOPOROGEN AS WELL AS CATALYTIC TEST ON THE HYDROLYSIS REACTION OF CASSAVA PEEL CELLULOSE

By

Nafisa Hidayatur Rahma

In this research, one of the potential biomass wastes which is quite abundant in Lampung Province, namely cassava peel as a source of cellulose, was utilized in testing the catalytic activity of Zeolite Secony Mobile-5 (ZSM-5) and Mordenite (MOR). The initial stage of the research that was carried out was to synthesize ZSM-5 and MOR which were modified into hierarchical pore zeolite using cornstarch mesoporegen using the hydrothermal method at a temperature of 180°C for 144 hours. Then, as a comparison, ZSM-5 and MOR were synthesized without bio-mesoporegen. Next, the catalytic activity of ZSM-5 and MOR was tested in the cellulose hydrolysis reaction by first carrying out the ion exchange process to form H-ZSM-5 and H-MOR. Zeolite ZSM-5 and hierarchical pore MOR have been successfully synthesized. This is proven by the results of the X-Ray Diffraction (XRD) analysis of ZSM-5 hierarchical pores and MOR hierarchical pores which have the same diffractogram peak as the standard diffractogram peak with the respective pore diameter obtained from the Brunauer–Emmett–Teller (BET) analysis results. of 1.7 nm and 9 nm. The XRD characterization results of hierarchical pore ZSM-5 zeolite and hierarchical pore MOR showed a percentage of crystallinity of 66.43% and 50% and no mesoporegen of 67.2% and 68%. Optimum conditions for the cassava peel hydrolysis reaction using H-ZSM-5 and H-MOR catalysts at a temperature of 140°C for 4 hours with a ratio (cellulose : catalyst) of (5 : 3). The best catalytic results were obtained from using H-ZSM-5 and H-MOR using mesoporegen with the highest cellulose conversion percentage of 63.4% for H-ZSM-5 and 74% for H-MOR.

Keywords: mesoporegens, hierarchical pore ZSM-5, hierarchical pore H-MOR, hydrolysis, cassava peel.

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT PORI HIRARKI
MENGUNAKAN MESOPOROGEN TEPUNG MAIZENA SERTA UJI
KATALITIK PADA REAKSI HIDROLISIS SELULOSA KULIT
SINGKONG**

Oleh

Nafisa Hidayatur Rahma

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
2024**

Judul Penelitian : **SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT
PORI HIRARKI MENGGUNAKAN
MESOPOROGEN TEPUNG MAIZENA
SERTA UJI KATALITIK PADA REAKSI
HIDROLISIS SELULOSA KULIT SINGKONG**

Nama Mahasiswa : **Nafisa Hidayatur Rahma**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011025

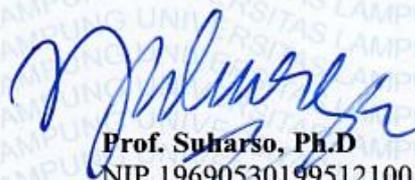
Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

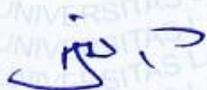


1. Komisi Pembimbing


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


Prof. Suharso, Ph.D
NIP.196905301995121001

Ketua Jurusan Kimia FMIPA


Mulyono, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP.197406112000031002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

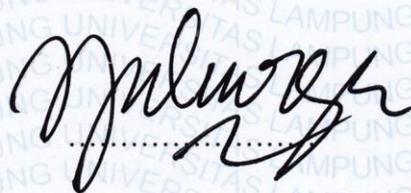
Ketua

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



Sekretaris

: **Prof. Suharso, Ph.D.**



Penguji

Bukan Pembimbing

: **Mulyono, S.Si., M.Si., Ph.D.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP. 197110012005011002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 23 Januari 2024

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Nafisa Hidayatur Rahma
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011025
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Lampung

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Pori Hirarki Menggunakan Mesoporogen Tepung Maizena serta Uji Katalitik Pada Reaksi Hidrolisis Selulosa Kulit Singkong” adalah benar hasil karya sendiri dan tidak pernah digunakan dan diterima sebagai syarat penyelesaian studi pada universitas lain. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Bandar Lampung, Januari 2024

Yang Menyatakan,



Nafisa Hidayatur Rahma
1917011025

RIWAYAT HIDUP

Penulis bernama lengkap Nafisa Hidayatur Rahma. Lahir di Bernung, Kota Bandar Lampung pada tanggal 27 Mei 2001. Penulis merupakan anak pertama dari 3 bersaudara pasangan Bapak Antones Ais dan Ibu Budiatik serta memiliki dua orang adik bernama Rifki Surya Wijaya dan Muhammad Rafsan Almadani. Penulis menyelesaikan pendidikan di TK Cemara, Lampung pada tahun 2007; SDN 22 Taman Sari Pesawaran, Lampung pada tahun 2013; SMPN 1 Pesawaran, Lampung pada tahun 2016; SMAN 1 Gedong Tataan, Lampung pada tahun 2019 hingga penulisan skripsi ini penulis melanjutkan pendidikan tinggi program studi S1 Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN.

Penulis juga aktif berorganisasi selama perkuliahan yang dimulai sebagai Kader Muda (KAMI) Himaki pada tahun 2019-2021 dan aktif sebagai anggota Biro Usaha Mandiri (BUM) periode 2019-2021 di Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI). Selain itu, penulis juga aktif berorganisasi di organisasi eksternal kampus sebagai sekretaris Departemen Ekonomi Organisasi (DEO) Ikatan Mahasiswa Muslim Pesawaran (IKAMMP) periode 2021-2022 dan menjadi wakil ketua umum Ikatan Mahasiswa Muslim Pesawaran (IKAMMP) periode 2022-2023.

Penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2023 untuk mahasiswa kimia 2022 dan menjadi pelatih *Sains Club* di SD Islam Al-Irsyad, Pesawaran dimulai tahun 2023. Penulis telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dengan judul “**Penggunaan Biomesoporogen Tepung Maizena Pada Sintesis ZSM-5 (Zeolite Secony Mobile-5) Pori Hirarki**” di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2022.

MOTTO

الْعِلْمُ مَطْلَبٌ عَلَى كُلِّ فَرِيضَةٍ مُسْلِمٍ

“Menuntut ilmu itu wajib atas setiap Muslim” (HR. Ibnu Majah)

بِقَدْرِ مَا نُحِبُّ نُحِبُّ

“Sebagai mana kita mencinta, begitulah kita dicinta” (Kata Mutiara)

“Wahai anak muda, harusnya engkau selalu ingat bahwa engkau suatu hari berdiri dihadapan Allah dan Dia menanyakan kepadamu akan masa muda ini, engkau habiskan untuk apa?” (Syekh Abdurrazaq bin Abdul Muhsin)

“Lakukan segala sesuatu dengan Lillah dan Bismillah” (Penulis)

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah... Alhamdulillah... Alhamdulillahirobbil'amin...

Sujud syukurku kupersembahkan kepada Allah SWT, atas takdirmu telah kau jadikan aku manusia yang senantiasa berpikir, berilmu, beriman dan bersabar dalam menjalani kehidupan ini. Semoga keberhasilan ini menjadi satu langkah awal bagiku untuk meraih cita-cita besarku.

Kupersembahkan sebuah karya kecil ini untuk orang tuaku yang paling berharga dalam hidup ku, Pakwo, Makwo serta Bapak dan Ibu. Hidup menjadi begitu mudah dan lancar karena doa-doa yang selalu kalian panjatkan untukku. Kalian adalah orang tua yang lebih memahami ku lebih dari diriku sendiri. Kalian selalu memberikan semangat, dorongan, dukungan, nasihat, dan mengingatkan ku tentang akhirat sehingga aku bisa menjadi anak yang selalu kuat menghadapi rintangan yang ada di depan. Terimakasih sudah menjadi orang tua yang sempurna, terimalah bukti kecil ini sebagai kado keseriusanku untuk membalas semua pengorbanan kalian... dalam hidup Pakwo, Makwo, Bapak, Ibu... demi hidupku kalian ikhlas mengorbankan segala perasaan tanpa kenal lelah, dalam lapar berjuang separuh nyawa hingga segalanya...maafkan cucumu...Pakwo (Julus) dan Makwo (Ngadinem) serta anakmu ini ya...Bapak (Antonies Atis) dan Ibu (Budiatik) karena masih saja ananda menyusahkan dan bahkan terkadang menyakiti hati kalian...aku selalu cinta kalian.

Kupersembahkan juga terimakasihku kepada kedua pangeran ganteng dalam hidupku yaitu adik-adik ku (Rifki Surya Wijaya) dan (Muhammad Rafsan Almadani) akhirnya kakak mu yang paling cantik ini wisuda juga...makasih yaa buat, keisengannya, kejailannya, keresahannya, bantuan semangatnya dan untuk keluarga besarku yang sering bertanya kapan lulus akhirnya aku pake toga juga niiih. Love you...

Terimakasih banyak kupersembahkan kepada dosen terbaik Dr, Mita Rilyanti, S. Si., M.Si.selaku dosen pembimbing atas segala bimbingan, nasihat, ilmu, serta kasih sayangnya selama ini.

Terimakasih juga kepada Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia atas dedikasi dan ilmu yang telah diberikan.

Terimakasih kepada sahabat-sahabatku (CCS) dan teman-temanku semua yang telah memberikan warna dalam hidupku

*Almamater tercinta
Universitas Lampung*

SANWACANA

Alhamdulillah, Alhamdulillah, Alhamdulillahirobbil'alamin. Segala puji syukur kehadiran Allah Subhanahuwata'ala atas berkah dan segala limpahan nikmat serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul "Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit Pori Hirarki Menggunakan Mesoporogen Tepung Maizena Dan Uji Katalitik Pada Reaksi Hidrolisis Selulosa Kulit Singkong" yang dilaksanakan pada bulan September 2022 hingga September 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik 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. Atas segala bantuan dalam menyelesaikan penelitian ini, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Diri sendiri, yang telah bertahan dan berjuang sampai titik ini. Aku berterimakasih atas perjuanganku karena tanpanya aku tidak akan menemukan kekuatanku.
2. Orang tuaku tercinta, Ayah, Ibu, Pakwo, Makwo, serta tak lupa adik-adikku yang paling ganteng, Surya dan Dani, selalu memberikan dukungan baik materi ataupun moral, cinta, kasih sayang, dan ketulusan cintanya hingga selama ini, yang tak henti-hentinya memberikan do'a disetiap langkahku. Semoga Allah SWT membalas kebaikan kalian yang tidak ternilai, Aamiin.
3. Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku pembimbing I yang sudah penulis anggap orang tua sendiri atas segala kemurahan hati dan kesabarannya dalam membimbing, membantu, memberi nasihat kepada penulis hingga selesainya penelitian dan penulisan skripsi ini. Maaf atas banyak nya kesalahan dan kekurangan penulis, yang mungkin bahkan pernah mengecewakan Ibu. Hanya

doa yang penulis bisa lakukan untuk membalas jasa-jasa Ibu, semoga Allah SWT membalas kebaikan Ibu, Aamiin.

4. Bapak Prof. Suharso., Ph. D., selaku Pembimbing II dan Bapak Mulyono S.Si., M.Si. Ph.D., selaku Pembahas penelitian ini atas ketersediaannya memberikan bimbingan, ilmu, nasihat, saran serta arahan dengan penuh kesabarandan keikhlasan sehingga penelitian dan penulisan skripsi ini bisa selesai. Semoga Allah SWT. senantiasa membalas kebaikan Ibu dan Bapak Aamiin.
5. Bapak Prof. Dr. Ir. Yandri A.S., M.S., selaku Pembimbing Akademik penulis selama menempuh pendidikan S1 Kimia di FMIPA Unila ini, atas ketersediannya memberikan bimbingan, nasehat, saran, dan semangat dengan penuh kesabaran dan keikhlasan. Semoga segala kebaikan dan keberkahan dari Allah senantiasa tercurah untuk Bapak.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan Bapak Mulyono, Ph.D. sebagai Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu dosen, serta segenap staff dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA Unila, terimakasih atas segala pelajaran, ilmu, pengalaman berharga dan juga motivasi untuk penulis selama menempuh pendidikan S1. Semoga Allah SWT membalas dengan keberkahan dan senantiasa sehat selalu.
8. Mba Liza Aprilia, S.Si selaku Laboran Laboratorium Anorganik/Fisik Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah banyak membantu dalam menyediakan alat serta bahan untuk penelitian ini.
9. *My partners in zeolite research*, yang sudah ku anggap keluargaku sendiri Yesica, Shilvia dan Yusuf. Terima kasih sudah menemani dalam setiap suka duka di laboratorium bahkan sampai larut malam. Semoga Tuhan selalu melindungi kalian dimanapun kalian berada dan selalu diberi kelancaran atas segala urusan kalian, Aamiin. Sayang kalian ☺
10. Para *bestie* aku, Nurlaila Sari, dan Nadya Sa'adah yang selalu memberikan semangat, hiburan dikala penat, nasihat saat aku hilang arah, tangan yang siap membantu, dan telinga yang siap mendengar ceritaku. Sehat selalu untuk

kalian semoga apapun hajat kalian selalu dipermudah dan diridhoi oleh Allah SWT.

11. Keluarga Besar Al-Irsyad *Islamic School* beserta anak-anak murid nya yang lucu, baik, pintar, nurut, sholeh dan sholehah terutama kelas 3 Maulana Malik Ibrahim. Terimakasih selama ini sudah banyak mendoakan, memberikan perhatian, memberikan semangat dan pelajaran.
12. Kakak-kakak *team research zeolite*; Kak Zahra, Kak Ester, Kak Chetrine, Kak Vincent, dan Kak Azizah atas segala kebaikan, bantuan, saran, dukungan, dan motivasi untuk penulis selama penelitian.
13. Semua pihak yang menyemangati dan mendukung penulis dalam menyelesaikan penelitian ini.

Akhir kata, atas segala kebaikan yang telah diberikan , semoga Allah SWT membalasnya 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, Januari 2024

Penulis,

Nafisa Hidayatur Rahma

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	3
1.3 Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Katalis	5
2.2 Zeolit	6
2.2.1 Macam-macam Zeolit	7
2.2.2 Zeolit MOR	9
2.2.3 Zeolit ZSM-5	11
2.2.4 Zeolit Pori Hirarki	12
2.3 Biomesoporogen	14
2.4 Sintesis Zeolit	16
2.5 Reaksi Hidrolisis Selulosa	20
2.6 Karakterisasi Zeolit-MOR dan ZSM-5 Pori Hirarki	22
2.6.1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	22
2.6.2. <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET)	24
III. METODE PENELITIAN	29
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	29
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	29
3.3 Prosedur Penelitian	30
3.3.1 Sintesis Zeolit MOR dan ZSM-5 Menggunakan Metode Hidrotermal	30
3.3.2 Karakterisasi Zeolit MOR dan ZSM-5	34
3.3.3 Uji Aktivitas Katalitik	34

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	38
4.1 Sintesis Zeolit ZSM-5 Pori Hirarki.....	38
4.1.1 Sintesis Benih Zeolit ZSM-5.....	39
4.1.2 Sintesis Zeolit ZSM-5 Menggunakan Metode Hidrotermal	40
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis	43
4.2.1 Hasil Sintesis Zeolit ZSM-5.....	43
4.2.2 Hasil Sintesis Zeolit MOR.....	50
4.3 Uji Aktivitas Katalitik Zeolit	55
4.3.1 Persiapan H-ZSM-5 dan H-MOR.....	55
4.3.2 Preparasi Selulosa Kulit Singkong	57
4.3.3 Hidrolisis Selulosa.....	59
V. KESIMPULAN DAN SARAN	68
DAFTAR PUSTAKA	70
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data ZSM-5	11
2. Komposisi kimia tepung maizena dipasaran.....	15
3. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis mordenit berbasis silika LUDOX dengan tepung maizena.	30
4. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis mordenit berbasis silika LUDOX dengan tepung maizena.	30
5. Komposisi molar pereaksi benih ZSM-5	31
6. Perhitungan komposisi campuran sintesis benih ZSM-5.....	32
7. Komposisi molar pereaksi ZSM-5 menggunakan mesoporogen	33
8. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis zeolit ZSM-5 dengan tepung maizena.....	33
9. Hasil XRD Sintesis ZSM-5	44
10. Data sifat struktur ZSM-5 mesoporogen dan tanpa mesoporogen	49
11. Hasil XRD Sintesis MOR.....	50
12. Data sifat struktur zeolit MOR mesoporogen dan tanpa mesoporogen	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Tetrahedral alumina silikat pada stuktur zeolit.....	6
2. (a) Stuktur mordenit diproyeksikan (sebuah) tegak lurus sumbu "c" dan (b) ke "b".....	10
3 . Mekanisme pembentukan struktur zeolit ZSM-5	12
4. Ilustrasi zeolit pori hirarki.	13
5. Struktur pati	15
6. Skema hidrolisis selulosa menjadi glukosa.	22
7. Difraktogram XRD zeolit-MOR.....	23
8. Difraktogram standar zeolit ZSM-5	24
9. Tipe adsorpsi-desorpsi <i>isotherm</i>	25
10. Reaksi DNS dengan glukosa	27
11. Tahap sintesis benih ZSM-5	40
12. Tahapan sintesis ZSM-5 pori hirarki.....	41
13. Tahapan sintesis ZSM-5 tanpa mesoporogen.....	42
14. Difraktogram ZSM-5	43
15. Grafik Isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ ZSM-5.....	45
16. Klasifikasi <i>hysteresis loop</i> berdasarkan IUPAC	47
17. Distribusi ukuran pori ZSM-5	48
18. Difraktogram zeolit MOR	50
19. Grafik Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N ₂ MOR	52
20. Distribusi pori zeolit MOR.....	53
21. Ion <i>exchange</i> ZSM-5.....	56
22. Ion exchange MOR	57
23. Proses preparasi tepung kulit singkong	57
24. Preparasi selulosa kulit singkong	59
25. Proses hidrolisis selulosa kulit singkong.....	60

26. Penentuan suhu optimum hidrolisis selulosa.....	61
27. Penentuan waktu optimum hidrolisis selulosa.....	63
28. Penentuan katalis optimum hidrolisis selulosa.....	65
29. Penentuan jenis katalis optimum pada jumlah katalis optimum reaksi hidrolisis selulosa	66

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Seiring dengan berjalannya waktu peran penting katalis terus meningkat dalam bidang industri kimia. Lebih dari 80% reaksi kimia merupakan reaksi katalik sehingga membuktikan kebergantungan industri kimia terhadap katalis (Chakrabarty, D.K. and Viswanathan, 2009). Salah satu contoh produk yang dihasilkan dari industri kimia dengan memanfaatkan katalis yaitu biodiesel. Biodiesel merupakan bahan bakar cair turunan dari minyak tanaman dan lemak hewan (Helwani *et al.*, 2009). Selain itu, pemanfaatan katalis juga digunakan dalam produksi bioetanol dimana reaksinya merupakan reaksi hidrolisis yang membutuhkan katalis untuk mempercepat reaksi (Wicakso, 2008). Dalam reaksi katalis dibedakan menjadi dua yaitu reaksi katalis homogen dan heterogen berdasarkan fasa reaktan serta fasa katalis yang digunakan (Nasikin dan Bambang, 2010).

Produk dan reaktan pada katalis homogen memiliki fasa yang sama sedangkan produk dan reaktan pada katalis heterogen memiliki fasa yang berbeda. Katalis heterogen banyak diterapkan dalam sektor industri kimia karena lebih murni dan ramah lingkungan. Katalis heterogen menawarkan berbagai keuntungan yang lebih baik seperti selektivitas yang dapat diatur, tahan terhadap suhu tinggi, tidak mudah terurai, dan mudah dipisahkan dari produknya. Banyaknya keuntungan yang diberikan menjadikan katalis heterogen dipilih dalam sektor industri kimia (Huang and Yao, 2013). Salah satu contoh katalis heterogen yang banyak digunakan adalah zeolit.

Industri yang memanfaatkan material katalis seperti zeolit bertujuan untuk menurunkan energi aktivasi dan meningkatkan laju reaksi. Hal ini dikarenakan zeolit sendiri memiliki karakteristik yang baik seperti keasaman, selektivitas, dan kestabilan termal dalam reaksi katalitik (Cejka *et al.*, 2007). Berdasarkan

keberadaannya, zeolit dapat dibedakan menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Dalam bidang industri banyak dikembangkan zeolit sintetis karena untuk mendapatkan zeolit dengan karakteristik atau spesifikasi khusus (Hartati dkk., 2019) serta lebih banyak digunakan karena kemurnian dan keseragaman ukuran partikelnya lebih baik dibanding dengan zeolit alam (Rilyanti dkk., 2020).

Salah satu tipe zeolit sintetis yang digunakan dalam reaksi katalis seperti dalam proses alkilasi, isomerisasi, *reforming* dan *cracking* yaitu zeolit mordenit (MOR) (Hisham *et al.*, 2012). Penggunaan zeolit MOR dikarenakan kinerja zeolit yang relatif baik dalam katalisis, serta memiliki ketahanan yang kuat pada panas dan pengaruh kimia (Aly *et al.*, 2012). Zeolit sintetis lainnya yang juga banyak digunakan untuk katalis yaitu *Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5) dengan sifatnya yang khas seperti memiliki kemampuan dalam pertukaran ion, stabilitas hidrotermal, ukuran partikel yang relatif kecil dan keseragaman distribusi mikropori sehingga mampu meningkatkan selektivitas bentuk yang tinggi (Xu *et al.*, 2007). Namun diantara kelebihan tersebut, keterbatasan difusi pada pori-pori ZSM-5 dan MOR menjadi kelemahan pada reaksi katalis. Hal ini disebabkan oleh ukuran pori yang tidak mencukupi ketika terdapat suatu dimensi molekul berukuran besar yang bertransformasi atau masuk ke dalam pusat aktif zeolit (Kalvachev *et al.*, 2021). Keterbatasan difusi akan mengakibatkan menurunnya kinerja katalis, selektivitas dan daya tahan zeolit (Perez-Ramirez *et al.*, 2009). Oleh karena itu, dilakukan suatu modifikasi pori agar dapat meningkatkan aksesibilitas ke pusat aktif zeolit dengan menambahkan pori sekunder disamping mikropori zeolit yang disebut sebagai zeolit pori hirarki (Song *et al.*, 2018).

Zeolit pori hirarki merupakan zeolit yang memiliki pori mikro (<1 nm) dengan tambahan pori meso (2–50 nm) (Rilyanti *et al.*, 2016). Zeolit pori hirarki memiliki dua fungsi dimana ukuran mikropori menyediakan situs aktif dari katalis sementara mesopori memudahkan akses transfer masa reaktan menuju situs aktif (Xuan *et al.*, 2016). Zeolit pori hirarki dapat disintesis menggunakan metode *soft template* (Srivastava *et al.*, 2006) dengan agen pengarah mesopori atau mesoporogen seperti surfaktan, polimer, bakteri, dan pati. Mesoporogen dari pati telah banyak digunakan karena merupakan sumber energi terbarukan, relatif

murah, mudah didapat, ramah lingkungan (Zhang *et al.*, 2010) dan telah terbukti dapat meningkatkan volume mesopori pada zeolit (Cheng *et al.*, 2014). Salah satu sumber pati dari bahan alam yang ketersediaannya sangat melimpah di Indonesia adalah tepung jagung atau maizena. Tepung maizena mempunyai kandungan pati yang cukup tinggi yaitu sebesar 68,2% (Juniawati dkk., 2003). Sehingga, penggunaan pati dari tepung maizena dapat menjadi bahan alternatif yang efektif sebagai mesoporogen.

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, dilakukan sintesis zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarki menggunakan mesoporogen pati dari tepung maizena (tepung jagung) dengan konsentrasi 5% maupun sintesis zeolit MOR dan ZSM-5 tanpa penambahan mesoporogen sebagai pembanding. Katalis hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui tingkat kristalinitas sampel dan *Brunauer–Emmett–Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan dan diameter pori-pori zeolit. Selain itu, katalis hasil sintesis diuji katalitik dengan beberapa variasi seperti variasi suhu optimum, waktu optimum, dan jumlah katalis optimum yang melibatkan reaksi hidrolisis selulosa dari tepung kulit singkong untuk mengetahui kinerja katalis zeolit dalam mengkonversi selulosa menjadi glukosa

1.2. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, maka tujuan dari penelitian ini diantaranya yaitu:

1. Mensintesis dan mengkarakterisasi zeolit MOR dan ZSM-5 tanpa menggunakan mesoporogen.
2. Mensintesis dan mengkarakterisasi zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarki menggunakan mesoporogen tepung maizena.
3. Menguji aktivitas katalitik zeolit MOR dan ZSM-5 pori hirarki pada reaksi hidrolisis selulosa kulit singkong.

1.3. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu selain untuk menambah informasi pengetahuan ilmiah tetapi juga dapat meningkatkan pemanfaatan tepung maizena sebagai mesoporogen zeolit pori hirarki yang harganya murah dan ramah lingkungan serta dapat meningkatkan nilai ekonomis pada limbah kulit singkong dalam proses reaksi hidrolisis selulosa.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis

Pengertian katalis pertama kali diungkapkan oleh Ostwald sebagai suatu substansi yang mampu mengubah laju reaksi kimia tanpa mengubah besarnya energi yang menyertai reaksi tersebut. Katalis juga dapat diartikan sebagai substansi yang dapat meningkatkan laju reaksi kimia di mana dalam proses reaksi kimia katalis tersebut tidak terlibat secara permanen dan tidak berubah atau dapat diambil kembali di akhir reaksi (Satterfield, 1991). Katalis dapat mempercepat laju reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi. Reaksi akan menempuh jalan lain dimana katalis akan bereaksi lebih dahulu dengan reaktan sebelum bereaksi dengan reaktan lainnya sehingga mengakibatkan adanya penurunan energi aktivasi. Berdasarkan fasa reaktan dan fasa katalis yang digunakan, katalis dapat dibagi menjadi 2 jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen.

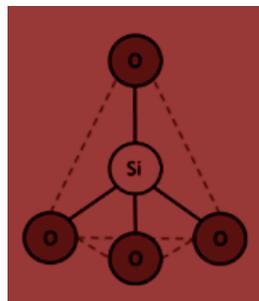
Katalis homogen merupakan katalis yang memiliki fasa sama antara produk dan reaktannya. Kelebihan yang dimiliki oleh katalis homogen diantaranya hasil konversi reaksi produk yang dihasilkan lebih besar jika dibanding katalis heterogen, serta tidak membutuhkan suhu dan tekanan tinggi dalam reaksi (Setyawardhani dan Distantina, 2010). Sementara itu, untuk kelemahan dari katalis homogen yaitu bersifat korosif, berbahaya bila tertelan, dapat menyebabkan kerusakan kulit, mata, paru-paru, sulit dipisahkan dari produk sehingga akan terbuang saat proses pencucian dan mencemari lingkungan, serta tidak dapat digunakan berulang (Widyastuti, 2007).

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda antara produk dan reaktannya. Umumnya akan terjadi interaksi berupa padat-gas atau padat-cair disebabkan adanya interaksi antara katalis fasa padat dengan reaktan yang memiliki fasa yang berbeda. Hal ini menyebabkan dalam reaksi kimia katalis heterogen memiliki kelebihan yaitu mudah dipisahkan dari produk yang

dihasilkan, mudah digunakan kembali sehingga aman dan tidak mencemari bagi lingkungan. Oleh karena itu, katalis jenis ini dinilai lebih efektif dan efisien untuk berbagai reaksi (Endalew *et al.*, 2011).

2.2 Zeolit

Nama zeolit ini berasal dari bahasa Yunani yaitu “*Zeni*” dan “*Lithos*” yang berarti batu yang mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air (Breck, 1974). Zeolit merupakan kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali maupun alkali tanah dengan rumus kimia umum $M_2/nO \cdot Al_2O_3 \cdot aSiO_2 \cdot bH_2O$ dimana n adalah valensi logam, a dan b adalah molekul silikat dan air. Struktur zeolit berupa kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral SiO_4^{4-} dan AlO_4^{5-} yang saling berhubungan melalui atom O membentuk rongga-rongga intrakristalin dan saluran-saluran yang teratur. Struktur umum zeolit dapat disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Tetrahedral alumina silikat pada struktur zeolit (Rahma, 2019).

Kerangka aluminosilikat (Al-O-Si) memiliki muatan *netto* negatif dan kation penyeimbang yang dapat dipertukarkan (*exchangeable cation*) ion-ion lain tanpa merusak strukturnya membentuk struktur zeolit. Pada struktur zeolit, Si^{4+} dapat diganti dengan Al^{3+} sehingga terbentuk muatan berlebih pada Al. Hal ini yang mengakibatkan struktur zeolit kelebihan muatan sehingga untuk menetralkan muatan negatif kerangka zeolit, zeolit mengikat kation-kation alkali atau alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , atau Sr^{2+} . Kation-kation tersebut terletak di luar

tetrahedral, dapat bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit dan dapat dipertukarkan dengan kation-kation lain. Oleh karena itu, zeolit dapat dimanfaatkan sebagai senyawa penukar ion, *filter*, penyaring molekuler, dan katalis (Barrer, 1987). Zeolit memiliki ukuran pori seragam (biasanya 0,25- 1,0 nm), memiliki fitur yang baik seperti area permukaan mikropori yang tinggi, keasaman, selektivitas, dan kestabilan termal/hidrotermal yang baik (Cejka *et al.* 2007).

Berdasarkan sifatnya, zeolit memiliki dua sifat keasaman yaitu asam Bronsted dan asam Lewis. Pada asam Bronsted terjadi pertukaran ion penyeimbang dengan dengan ion H^+ dalam kerangka zeolit. Melalui proses dehidroksilasi pada suhu tinggi asam Bronsted dapat diubah menjadi asam lewis. Secara katalitik ion H^+ akan menjadi pusat aktif atau disebut inti asam yang berhubungan dengan atom Al tetrahedral (Wang *et al.*, 2017). Oleh karena itu, stuktur zeolit memiliki ikatan kerangka struktur proton yang menjadikan zeolit mampu memberikan peningkatan keasaman yang tinggi sebagai katalis asam untuk berbagai reaksi kimia (Goenadi, *et al.*, 2004).

2.2.1 Macam-macam Zeolit

Berdasarkan asalnya zeolit dibagi menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam merupakan zeolit yang berasal dari adanya proses kimia dan fisika dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan. Proses terjadinya zeolit di alam berawal dari debu - debu gunung berapi yang terbawa ke udara kemudian mengendap di dasar danau dan dasar lautan. Debu - debu vulkanik tersebut selanjutnya mengalami berbagai macam perubahan oleh air danau atau air laut sehingga terbentuk sedimen - sedimen yang mengandung zeolit di dasar danau atau laut tersebut (Setyawan, 2002). Sebagai produk alam, zeolit alam diketahui memiliki komposisi yang sangat bervariasi, namun komponen utamanya adalah silika dan alumina. Di samping komponen utama ini, zeolit juga mengandung berbagai unsur minor, antara lain Na, K, Ca, Mg, dan Fe (Akimkhan, 2012).

Namun, zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Untuk memperbaiki karakter zeolit alam sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu. Kondisi ini menyebabkan zeolit alam memiliki harga yang lebih murah dibandingkan zeolit sintetis (Lestari, 2010).

Zeolit sintetis adalah jenis zeolit yang dibuat melalui proses sintesis dengan melewati proses rekayasa sedemikian rupa agar diperoleh karakteristik zeolit yang diinginkan sesuai dengan tujuan penggunaannya. Prinsip dasar pembuatan zeolit sintetis adalah menggunakan bahan baku yang menjadi sumber komponen utama zeolit yaitu silika dan alumina sehingga dapat disintesis dengan perbandingan komposisi tertentu untuk memperoleh jenis zeolit yang diinginkan (Rini, 2010). Komponen minor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetis memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kelebihan yang dimiliki zeolit sintetis diantaranya yaitu susunan atom maupun komposisinya dapat dimodifikasi, ukuran porinya seragam dan terdistribusi secara merata, selektivitasnya tinggi, dan kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan zeolit alam. Keuntungan lainnya dari struktur zeolit sintetis adalah dapat dibuat sesuai dengan yang diinginkan (Fitriyana dkk., 2018). Oleh karena itu pembuatan zeolit sintetis terus berkembang seiring dengan pemanfaatan zeolit pada berbagai penggunaan seperti digunakan untuk katalis, penukar ion, adsorben, dan penyaring molekul. Saat ini terdapat lebih dari 100 jenis zeolit yang telah dihasilkan melalui berbagai proses dan bahan dasar (Audy dan Herling, 2008).

Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada zeolit menentukan ukuran kristal serta morfologi kristal zeolit yang dihasilkan (Kosanovic *et al.*, 2011). Hal ini dikarenakan jika terjadi perubahan rasio Si/Al pada suatu material akan mempengaruhi sifat dari material tersebut (Lestari, 2010). Berikut adalah jenis zeolit sintetis yang dikelompokkan berdasarkan kandungan Al dan Si menjadi 3 macam (Sutarti, 1994):

1. Zeolit kadar Si rendah (kaya Al)

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit. Contoh zeolit Si rendah yaitu zeolit A dan X.

2. Zeolit kadar Si sedang

Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan Si/Al = 5 sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit dengan kadar Si yang lebih tinggi dari 1 yang kemudian diperoleh zeolit Y dengan perbandingan kadar Si/Al = 1-3. Contoh zeolit sintesis jenis ini adalah zeolit omega.

3. Zeolit kadar Si tinggi

Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Zeolit jenis ini misalnya zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, ZSM-24.

4. Zeolit Si

Kalau zeolit Si tinggi masih mengandung Al meskipun hanya sedikit, tetapi zeolit Si ini tidak mengandung Al sama sekali atau tidak mempunyai sisi kation sama sekali. Sifat zeolit jenis ini adalah sangat hidrofilik-hidrofobik sehingga dapat mengeluarkan atau memisahkan suatu molekul organik dari suatu campuran air. Contoh zeolit silika adalah silikalit.

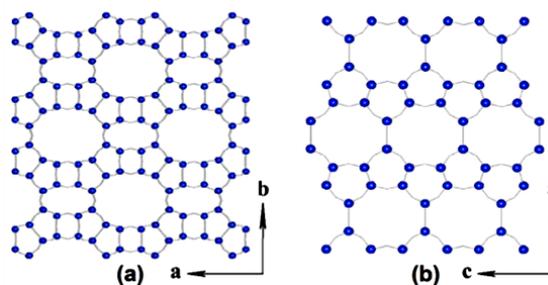
Zeolit sintetik yang sering digunakan dan berkembang saat ini salah satunya yaitu zeolit MOR.

2.2.2 Zeolit MOR

Zeolit mordenit pertama kali ditemukan dan dinamakan pada tahun 1864 oleh Profesor How. Pemberian nama mordenit pada saat itu dikarenakan mineral tersebut ditemukan di wilayah Morden, Nova Scotia di Kanada. Zeolit mordenit merupakan zeolit dengan komposisi ideal $\text{Na}_8\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ yang masuk dalam famili pentasil dengan cincin beranggota lima sebagai unit bangunan

sekunder (Armbruster *and* Gunter, 2001). Struktur mordenit tersusun dari cincin beranggota 5 yang terhubung membentuk unit bangunan komposit "mor".

Zeolit MOR membentuk struktur ortorombik dengan satu dimensi dari $a = 18.13 \text{ \AA}$, $b = 29.49 \text{ \AA}$, $c = 7.52 \text{ \AA}$. Karena zeolit MOR memiliki rasio $\text{Si/Al} \geq 5$ sehingga 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). Hal ini dapat diartikan bahwa unit-unit bangunan pada zeolit MOR dihubungkan oleh cincin beranggota 4 yang menentukan pembentukan saluran beranggota 12 dengan ukuran $0,7 \times 0,65 \text{ nm}$ sebagai pori-pori besar dan saluran beranggota 8 yang merupakan saluran sempit dan tegak lurus dengan yang pertama sehingga dapat membatasi difusi molekul besar dan memungkinkan lalu lintas molekul hanya satu dimensi (Santos *et al.*, 2018). Struktur zeolit MOR disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. (a) Struktur rangka mordenit diproyeksikan (sebuah) tegak lurus sumbu "c" dan (b) ke sumbu "b" (Simoncic *and* Armbruster, 2004).

Zeolit-MOR telah disintesis oleh Wustoni *et al.*, (2011) berbentuk bola, namun tidak homogen dan berukuran sekitar 100 nm sedangkan untuk hasil sintesis yang telah dilakukan oleh Aly *et al.*, (2012) memiliki panjang rata-rata $7 \mu\text{m}$ dan berdiameter rata-rata 75 nm.

Di alam banyak ditemukan zeolit mordenit sebagai mineral, tetapi seiring berkembangnya jaman zeolit mordenit sintetis lebih banyak dikembangkan karena memiliki kemurnian yang lebih tinggi sehingga cocok digunakan dalam reaksi katalitik seperti dalam proses alkilasi, isomerisasi, *reforming* dan *cracking*. Selain

itu zeolit mordenit memiliki ukuran pori yang seragam dan kecil, luas permukaan internal yang tinggi, kerangka fleksibel, serta kimia terkontrol menyebabkan zeolit mordenit banyak berperan sebagai molekul penyaring (*molecular sieve*) dalam proses adsorpsi yang melibatkan komponen asam (Cheng *et al.*, 2014). Disamping itu, zeolit dan mordenit memiliki kelemahan yaitu terbatasnya ukuran saluran dan rongga serta kurangnya interkoneksi. Hal ini menyebabkan adanya keterbatasan difusi pada reaksi, membatasi aktivitas, selektivitas, dan stabilitasnya. Padahal ditunjukkan bahwa keterbatasan perpindahan massa memainkan peran penting dalam aplikasi industri menggunakan zeolit (Li *et al.*, 2008). Oleh karena itu, telah banyak melakukan sintesis zeolit dengan memodifikasi ukuran pori menjadi pori hirarki. Zeolit pori hirarki dapat mengatasi masalah hambatan difusi molekul (Rilyant *et al.*, 2016).

2.2.3 Zeolit ZSM-5

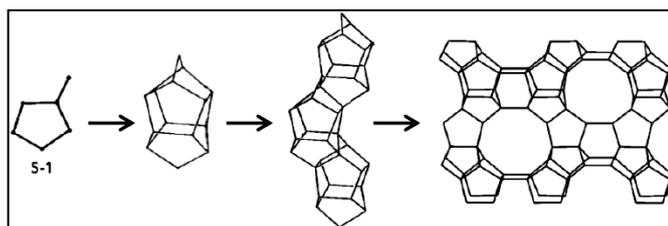
ZSM-5 (*Zeolite Secony Mobile-5*) merupakan salah satu jenis sintetis yang memiliki bentuk struktur tetrahedral dan tersusun atas alumina dan silika dengan rumus umum $[Na_n(AlO_2)_n(SiO_2)_{96-n}.16H_2O]$, dengan $n < 27$. ZSM-5 memiliki rasio silika dan alumina yang tinggi (Si/Al 10-100) sehingga pemanfaatannya meluas diberbagai bidang. Biasanya zeolit ini disintesis menggunakan kation Na^+ sebagai ion penyeimbang kerangka yang bermuatan negatif. Menurut (Petushkov *et al.*, (2011) dalam modifikasi zeolit ion Na^+ dapat ditukar dengan kation lain yang dapat memasuki pori. Berikut ini data mengenai zeolit ZSM-5 berdasarkan data dari *International Zeolite Association (IZA)* yang ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Data ZSM-5

Rumus Kimia	$[Na^+n (H_2O)_{16}] [Al_nSi_{96-n} O_{192}]-MFI, n < 27$
Parameter Sel	$a = 20,07 \text{ \AA}; b = 19,92 \text{ \AA}; c = 13,42 \text{ \AA}$ $\alpha = 90,0^\circ; \beta = 90,0^\circ; \gamma = 90,0^\circ$
Massa Jenis Kerangka Saluran Sistem	$17,9 \text{ T}/1000 \text{ \AA}^3 \{ [100] 10 \text{ 5,1} \times 5,5 \leftrightarrow [010] 10 \text{ 5,3} \times 5,6 \}^{***} (3\text{-dimensional})$

(Anonim, 2016)

Zeolit ZSM-5 terdiri dari unit pembangun sekunder 5-1 atau disebut juga pentasil. Unit ini 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). Pada tahap selanjutnya rantai pentasil ini akan membentuk kerangka zeolit ZSM-5. Mekanisme pembentukan zeolit ZSM-5 disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3 . Mekanisme pembentukan struktur zeolit ZSM-5 (Xu *et al.*, 2007).

Berdasarkan penelitian oleh Nishu *et al.* (2020) menyatakan saluran dan pori-pori zeolit ZSM-5 memiliki diameter seragam yang cocok untuk membentuk katalis yang selektif. Selain itu, zeolit ini memiliki sifat asam, tingkat kristanilitas dan kestabilan termal yang tinggi sehingga sifat ini menyebabkan zeolit ZSM-5 sering digunakan pada bidang petroleum dan petrokimia. Pemanfaatan zeolit ZSM-5 di bidang katalitik seperti pada reaksi *dewaxing*, konversi metanol menjadi gasolin, metanol menjadi olefin, *hydrocracking*, alkilasi benzen, reduksi Nox, dan oksidasi parsial metana (Cejka *et al.*, 2007).

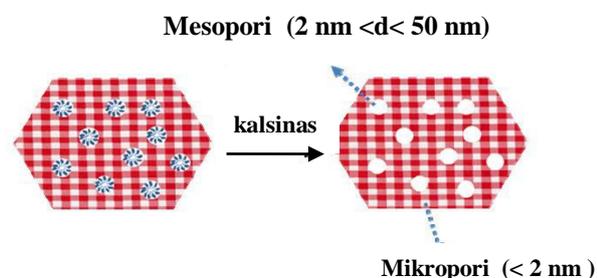
2.2.4 Zeolit Pori Hirarki

Menurut *International of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)*, berdasarkan ukuran diameter pori, material berpori diklasifikasikan menjadi tiga jenis yaitu material mikropori, mesopori, dan makropori. Material mikropori memiliki diameter pori <2 nm, material mesopori memiliki diameter pori 2-50 nm, dan material makropori memiliki diameter >50 nm. Zeolit pori hirarki merupakan zeolit berpori mikro (< 2 nm) dengan adanya tambahan mesopori (2–50 nm), sehingga zeolit pori hirarki memiliki pori tambahan berskala meso (>2 nm)

(Kadja *et al.*, 2016). Zeolit pori hirarki mampu memberikan laju reaksi yang lebih tinggi, selektivitas yang lebih baik, serta memiliki daya tahan terhadap deaktivasi yang lebih baik, serta memiliki daya tahan terhadap deaktivasi yang lebih lama dibandingkan zeolit konvensional sehingga menyebabkan material ini banyak menarik perhatian dan banyak penggunaannya sebagai katalis seperti pada industri petrokimia dan kimia (Khaleel *et al.*, 2016).

Pada struktur zeolit hirarki menyediakan molekul-molekul berukuran besar untuk dapat masuk ke dalam situs aktif pada kristal zeolit, sementara itu keasaman dan kristalinitas zeolit dapat tetap dipertahankan. Selama reaksi katalitik berlangsung, melalui saluran mesopori reaktan akan masuk ke dalam situs aktif untuk menjalankan reaksi katalitik kemudian dihasilkan produk yang akan keluar melalui saluran mesopori. Adanya pori hirarki mengurangi keterbatasan difusi pada zeolit mikropori, sehingga daya tahan katalis mampu bertahan lebih lama (Pan *et al.*, 2019).

Dalam mensintesis zeolit hirarki menggunakan dua metode secara umum yaitu *top-down* dan *bottom-up*. Metode *top-down* yaitu dilakukan melalui *post-treatment* dengan proses desilikasi kerangka zeolit maupun dealuminasi yang menghasilkan limbah asam dan basa dalam jumlah yang besar. Sedangkan untuk metode *bottom-up* merupakan metode yang menggunakan bantuan cetakan atau templat organik/anorganik sebagai pengarah atau untuk membentuk mesopori. Templat tersebut nantinya perlu dihilangkan dengan cara melakukan kalsinasi (Rilyanti *et al.*, 2016). Gambar 4 merupakan bentuk ilustrasi dari zeolit pori hirarki.

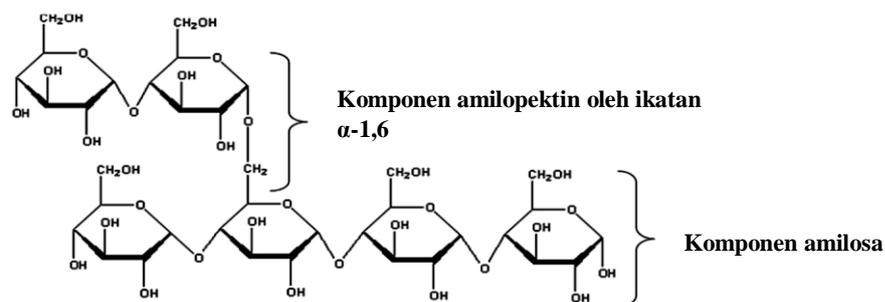


Gambar 4. Ilustrasi zeolit pori hirarki (Kadja dkk., 2013).

2.3 Biomesoporogen

Pengertian dari mesoporogen adalah suatu agen pengarah atau pembentuk mesopori berdasarkan metode kristalisasi. Pembuatan mesopori dalam zeolit dapat menggunakan metode *soft template* atau *hard template*, bisa menggunakan bantuan benih, kontrol kinetik kristalisasi, dan konversi bantuan uap. Pada penelitian Madsen *and* Jacobsen (1999), pertama kali berhasil menggunakan *hard template* yaitu karbon hitam yang diimpregnasi ke zeolit untuk mensintesis ZSM-5 yang berukuran nano. Sedangkan, untuk metode *soft template* yang sering digunakan yaitu surfaktan, polimer, bakteri, dan pati. Para peneliti telah banyak mengembangkan pati yang dimanfaatkan sebagai mesoporogen pada sintesis zeolit hirarki dalam beberapa tahun terakhir. Penggunaan pati sebagai mesoporogen jauh lebih menguntungkan dibandingkan material karbon karena memiliki struktur kompleks yang memungkinkan untuk mensintesis material dengan dengan struktur dan morfologi yang unik, salah satu sumber energi terbarukan, relatif murah, mudah didapat, serta ramah lingkungan (Zhang *et al.*, 2010).

Pati merupakan karbohidrat dalam bahan nabati yang berbentuk polisakarida (Mastuti dan Setyawardhani, 2010). Pati terbagi menjadi dua senyawa polimer glukosa, yaitu amilosa dan amilopektin. Komponen dengan rantai lurus disebut amilosa, sedangkan komponen dengan rantai bercabang disebut amilopektin. Amilosa merupakan polisakarida berantai lurus berbentuk heliks dengan ikatan glikosidik α -1,4. Sedangkan amilopektin merupakan polimer α -(1 \rightarrow 4) unit glukosa dengan rantai samping atau titik percabangan ikatan α -1,6 unit glukosa (Dziedzic *and* Kearsley 1995). Pada molekul pati, ikatan α -(1 \rightarrow 6) unit glukosa ini jumlahnya sangat sedikit, sekitar antara 4–5%. Namun, jumlah molekul dengan rantai yang bercabang, yaitu amilopektin, sangat banyak dengan derajat polimerisasi 10^5 - 3×10^6 unit glukosa (Cerna dkk., 2016). Struktur pati disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Struktur pati (Masina *et al.*, 2017).

Salah satu bahan alam yang memiliki sumber kadar pati tinggi yaitu tepung jagung atau tepung maizena. Berdasarkan penelitian Juniawati., (2003) tepung jagung memiliki kadar pati sebesar 68,2%. Tingginya kandungan pati dalam tepung jagung menjadikan tepung jagung banyak penggunaannya dalam kehidupan sehari-hari seperti sebagai bahan baku pembuatan pemanis, produk pangan, dan bioetanol. Selain itu, dalam industri kimia juga mulai menggunakan pati yang berasal dari produk bahan alam seperti tepung jagung sebagai mesoporogen untuk mensintesis produk katalis yaitu zeolit. Hal ini didukung oleh hasil penelitian sebelumnya yang menyatakan bahwa 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. Mesoporogen dari pati telah banyak digunakan karena merupakan sumber energi terbarukan, relatif murah, mudah didapat, ramah lingkungan (Zhang *et al.*, 2010). Komposisi kimia dalam tepung maizena dipasaran dapat dijelaskan melalui dalam Tabel 2.

Tabel 2. Komposisi kimia tepung maizena dipasaran

Parameter	Jumlah (%)
Kadar air	12,60%
Kadar abu	0,30%
Kadar protein	0,54%
Kadar lemak	0,77%
Kadar karbohidrat	85,79%

(Merdiyanti, 2008).

2.4 Sintesis Zeolit

Pengolahan zeolit secara garis besar dapat dibagi menjadi 2 tahap, yaitu preparasi dan aktivasi. Tahapan preparasi zeolit berfungsi untuk mendapatkan zeolit yang siap diolah yang meliputi pengecilan ukuran dan pengayakan. Tahapan ini dapat menggunakan mesin secara keseluruhan atau dengan cara sedikit konvensional. Tahapan pengolahan zeolit yang kedua adalah aktivasi yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor-pengotornya. Aktivasi dapat dilakukan secara fisika dan kimia diantaranya yaitu :

- a) Aktivasi secara fisika salah satunya adalah dengan pemanasan. Aktivasi pemanasan, hasil preparasi zeolit tahap pertama dikeringkan dalam pengering putar dengan suhu tetap 230 °C dan waktu pemanasan selama 3 jam. Proses ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap di dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaannya bertambah (Khairinal dan Triunaryanti, 2000)
- b) Aktivasi secara kimia dilakukan dengan penambahan pereaksi kimia yaitu zat asam atau zat basa, misalnya NaOH dan H₂SO₄ yang dimaksudkan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan. Proses aktivasi zeolit dengan perlakuan asam HCl pada konsentrasi 0,1 N hingga 11 N menyebabkan zeolit mengalami dealuminasi yaitu keluarnya Al dan kation-kation dalam kerangka zeolit. Aktivasi asam juga menyebabkan terjadinya dekationisasi yang akan menyebabkan bertambahnya luas permukaan zeolit karena berkurangnya pengotor yang menutupi pori-pori zeolit (Weitkamp *and* Puppe, 1999). Setelah tahap aktivasi diperlukan tahap pengeringan terlebih dahulu untuk menghilangkan gugus OH dari kerangka zeolit. Pengeringan dapat dilakukan dengan cara penjemuran di bawah terik matahari, didiamkan dalam desikator atau dengan kalsinasi pada suhu 400 °C selama 1 jam.

Sementara itu, NaOH yang ditambahkan dalam sintesis zeolit tidak hanya bekerja sebagai reagen, mineralizer tetapi juga sebagai materi pendukung (metalizer), karena pada struktur zeolit terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al

sehingga dibutuhkan kation-kation pendukung diluar rangka untuk menetralkannya. Mineralizer adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya, sehingga yang biasanya tidak dapat larut dalam air dengan menambahkan mineralizer dapat menjadi larut. Mineralizer yang digunakan untuk SiO_2 adalah NaOH , KOH , Na_2CO_3 atau NaF yang reaksinya ditulis dalam Persamaan 1.



(Schubert *and* Housing, 2000). Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi proses pembentukan kristal dalam sintesis zeolit (Cejka *et al.*, 2007) diantaranya:

a) Komposisi molar pereaksi

Komposisi molar campuran pereaksi memberikan peranan penting terhadap kristalisasi zeolit. Hal-hal yang berkaitan dengan komposisi molar pereaksi adalah sumber prekursor, rasio Si/Al, alkalinitas (kebasaan), jumlah H_2O , kation anorganik, dan templat organik.

b) Sumber Si dan Al

Sumber silika yang biasa digunakan dalam sintesis zeolit diantaranya; silika koloid (LUDOX), tetraetil orto silikat (TEOS), Cab-O-Sil (*fumed silica*), tetrametil orto silikat (TMOS), dan natrium silikat (Na_2SiO_3). Sedangkan untuk sumber alumina yang biasa digunakan antara lain natrium alumina (NaAlO_2), aluminium hidroksida (NaOH), pseudo-boehmite ($\text{AlO}(\text{OH})$), aluminium isopropoksida ($\text{C}_9\text{H}_{21}\text{AlO}_3$), aluminium nitrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3$), aluminium sulfat ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), atau logam aluminium (bubuk Al atau foil). Sumber silika dan alumina sangat berpengaruh terhadap pembentukan zeolit. Perbedaan luas permukaan dari sumber silikon akan memberikan efek terhadap laju pengkristalan, ukuran kristal, dan distribusi ukuran partikel terhadap zeolit hasil sintesis. Silika dengan luas permukaan yang besar sangat mudah larut dalam medium basa dibandingkan dengan silika yang luas permukaannya kecil. Silika jenis ini lebih mudah membentuk kristal dengan ukuran yang lebih kecil sedangkan kristal dengan luas permukaan kecil dan

kelarutan rendah lebih cenderung membentuk kristal besar. Selain itu, sumber alumina juga memberikan pengaruh besar terhadap laju pengkristalan zeolit.

c) Rasio Si/Al

Rasio Si/Al berperan dalam menentukan struktur dan komposisi dari kristal produk. Secara umum, zeolit dengan perbandingan Si/Al yang rendah ($\text{Si/Al} \leq 5$) seperti zeolit A (LTU), X (FAU), dan hidroksisodalit (SOD) disintesis dengan campuran reaksi Si/Al rendah dan alkali kuat. Sementara itu, zeolit dengan rasio Si/Al tinggi ($\text{Si/Al} > 5$) seperti zeolit beta (BEA), ZSM-11 (MEL), dan MFI (MFI) dipreparasi dari gel dengan rasio Si/Al tinggi dan tingkat kebasaaan yang rendah atau dalam medium F.

d) Alkalinitas (Kebasaan)

Alkalinitas memberikan kontribusi terhadap rasio OH/Si atau rasio $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$. Sifat alkali yang tinggi meningkatkan kelarutan silika dan alumina serta mempercepat polimerisasi dari ion polisilikat dan aluminat. Proses induksi, nukleasi, dan kristalisasi dapat dipercepat dengan meningkatkan alkalinitas. Disamping itu, tingkat kebasaaan juga dapat mempengaruhi ukuran partikel dan morfologi zeolit.

e) Jumlah H_2O

Dalam sintesis zeolit secara hidrotermal, air berperan sebagai pelarut. Jumlah air dalam suatu campuran reaksi akan mempengaruhi konsentrasi dari reaktan sehingga berpengaruh juga kepada proses kristalisasi zeolit. Dengan demikian mengubah jumlah air akan mengubah laju kristalisasi zeolit.

f) Kation anorganik

Kation anorganik berasal dari basa hidroksida logam alkali (MOH) sebagai sumber basa dalam sintesis zeolit. Basa logam alkali yang biasa digunakan adalah natrium hidroksida (NaOH) dan kalium hidroksida (KOH). Perbedaan kation anorganik akan mempengaruhi pembentukan 23 unit kerangka penyusun zeolit yang tentunya juga akan mempengaruhi jenis zeolit yang dihasilkan. Beberapa zeolit seperti: ANA, CAN, FAU (X dan Y), MOR, LTA, dan SOD terbentuk dengan kehadiran ion Na^+ sebagai kation anorganik, sedangkan zeolit NAT, PAU, OFF, dan PHI terbentuk dengan adanya kation

K^+ . Hal ini dikarenakan kation anorganik juga berperan sebagai agen pengarah struktur.

g) Cetakan (*template*) organik

Kation organik dapat berperan sebagai pengisi rongga kosong yang mengarahkan pembentukan struktur spesifik zeolit (*structure directing agent* / SDA). Antara kerangka zeolit dengan SDA terjadi interaksi karena adanya gaya Van der Waals. Dengan demikian, hidropobisitas dan hidrofilisitas ion organik yang berperan sebagai SDA, sangat berpengaruh terhadap rasio Si/Al dalam sintesis zeolit.

Pada proses sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan cetakan organik seperti kation tetrapropilamonium, baik dalam bentuk hidroksida (TPAOH) atau dalam bentuk garam bromida (TPABr) yang berfungsi sebagai agen pembentuk atau pengarah struktur ZSM-5 sehingga penggunaan cetakan organik TPA^+ dinilai sangat efektif dalam sintesis ZSM-5. Namun, cetakan organik TPA^+ dapat menimbulkan permasalahan seperti menghasilkan sifat racun, biaya produksi tinggi, terjadi kontaminasi limbah cair dengan cetakan organik, terjadi polusi udara dari hasil dekomposisi termal cetakan organik (Kim *et al.*, 2006). Solusi untuk mengatasi permasalahan ini yaitu dengan mensintesis zeolit ZSM-5 tanpa cetakan organik (Cheng *et al.*, 2014) atau dengan menggunakan bantuan benih sebagai metode pembenihan (*seed assisted*). Metode ini memiliki beberapa kelebihan seperti waktu sintesis lebih singkat, dapat mengendalikan ukuran partikel, dan mempersingkat laju kristalisasi setelah penambahan benih ke dalam gel zeolit. Oleh karena itu, metode pembenihan menjadi alternatif baru sebagai prekursor sintesis zeolit ZSM-5 yang ramah lingkungan dan ekonomis.

2.4. Metode Hidrotermal

Metode yang paling sering digunakan untuk preparasi zeolite yaitu metode hidrotermal, melibatkan sejumlah besar pelarut air (Zhou *et al.*, 2013). Metode hidrotermal merupakan metode yang melibatkan fase cair, padat *amorf*, dan kristal dalam proses reaksi kristalisasi *multiphase*. Metode hidrotermal dipilih karena

memiliki beberapa kelebihan yaitu secara langsung akan terbentuk *powder* dari larutan, dapat terkontrolnya ukuran partikel dan bentuk dengan menggunakan material awal atau kondisi hidrotermal yang berbeda, tingginya reaktivitas reaktan, konsumsi energi yang rendah, polusi udara yang rendah (Jiang *et al.*, 2014) dan dapat menghasilkan pertumbuhan kristal dengan kualitas yang baik.

Reaksi hidrotermal dilakukan pada suhu dan tekanan yang tinggi sekitar (>100 °C, >1 bar) (Cejka *et al.*, 2007) menggunakan alat yang dinamakan *autoclave* yang berfungsi untuk menjaga laju kondensasi yang harus sama dengan laju penguapan. Dilakukan nya proses hidrotermal pada sintesis bertujuan untuk proses kristalisasi dan membuat ukuran kristal menjadi seragam. Dalam sintesis zeolit kristalisasi terjadi saat proses transisi dari sol mejadi gel dan akan berlangsung secara maksimal jika ditambahkan proses hidrotermal. Gel *amorf* akan mengalami penataan ulang pada stukturanya selama pembentukan kristal terjadi dan membentuk susunan yang lebih teratur saat ditambah perlakuan pemanasan sehingga akan membentuk embrio inti kristal. Ketika kesetimbangan terjadi anantara embrio inti kristal, gel *amorf* sisa, dan larutan lewat jenuh maka akan mengalami keadaan *metastable* (mudah berubah) yang artinya jika gel *amorf* sisa larut kembali maka akan membentuk kristal dengan keadaan yang stabil dari embrio inti hingga gel *amorf* sisa habis.

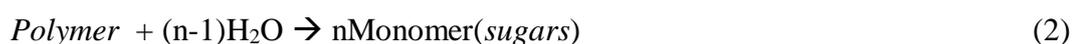
2.5 . Reaksi Hidrolisis Selulosa

Pemanfaatan zeolit sering digunakan dalam bidang bioetanol dimana reaksi nya merupakan reaksi hidrolisis yang membutuhkan katalis untuk mempercepat reaksi. Seperti pada penelitian oleh (Huang *and* Yao, 2013), menyatakan bahwa reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa adalah langkah awal memasuki bidang *biorefinery* dengan menjadikan selulosa sebagai bahan baku yang disukai dalam reaksi hidrolisis karena memiliki kelimpahan yang besar di alam dan kemudahan konversi yang tinggi. Oleh karena itu, selain dapat berperan dalam bidang bioetanol reaksi hidrolisis dapat juga digunakan untuk mengetahui kinerja katalis zeolit seperti penggunaan katalis heterogen dalam proses hidrolisis pati dari umbi

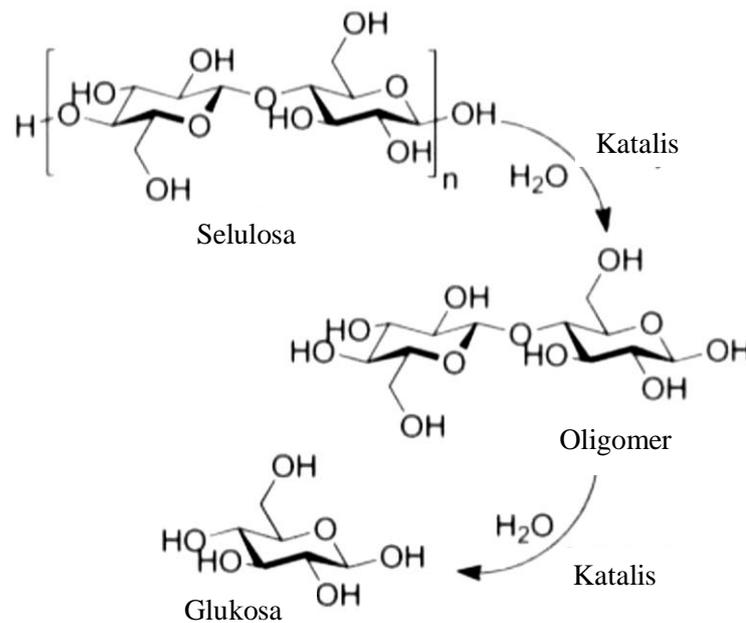
singkong karet menjadi glukosa (Praputri dkk., 2018). Dikarenakan ketersediaan selulosa yang berlimpah, konversi selulosa menjadi glukosa akan menghasilkan lebih sedikit produk samping dibanding pati. Selulosa merupakan senyawa polimer yang memiliki sifat fisik diantaranya berwarna putih, berserat, tidak larut dalam air dan pelarut organik serta memiliki daya tarik yang tinggi. Senyawa organik selulosa berupa homopolisakarida berantai panjang dengan satuan-satuan monosakarida yang saling terikat oleh ikatan β -1,4 glikosida dimana mikrofibilnya mengandung 50-90% bagian kristal dan sisanya bagian *amorf*. Terbentuknya daerah kristalin dan *amorf* disebabkan karena adanya ikatan hidrogen dan gaya Van Der Waals sehingga struktur selulosa dapat tersusun secara teratur membentuk fasa kristalin dan juga dapat tersusun secara acak membentuk fasa *amorf* (Perez *et al.*, 2005).

Adanya interaksi Van der Waals dan ikatan hidrogen 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 pada keberhasilan konversi selulosa atau pemutusan ikatan β -1,4 glikosida menggunakan metode hidrolisis dengan asam atau enzim (Anugrah dkk., 2020).

Metode hidrolisis adalah metode reaksi kimia yang bersifat endoterm (memerlukan kalor) antara air dengan suatu zat lain menghasilkan satu atau lebih zat baru yang menyebabkan suatu larutan terdekomposisi dengan air. Hidrolisis bertujuan untuk mengkonversi selulosa dan hemiselulosa menjadi monomer glukosa. Secara umum reaksi hidrolisis pembentukan glukosa dari polimer gula seperti selulosa dan pati (Sediawan dkk., 2007) dapat dituliskan pada Persamaan 2.



Proses hidrolisis dipengaruhi oleh beberapa parameter antara lain suhu reaksi, waktu reaksi, pencampuran pereaksi, konsentrasi asam (katalis), dan kadar suspensi pati. Alur proses hidrolisis selulosa dapat ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Skema hidrolisis selulosa menjadi glukosa (Abidin *et al.*, 2014).

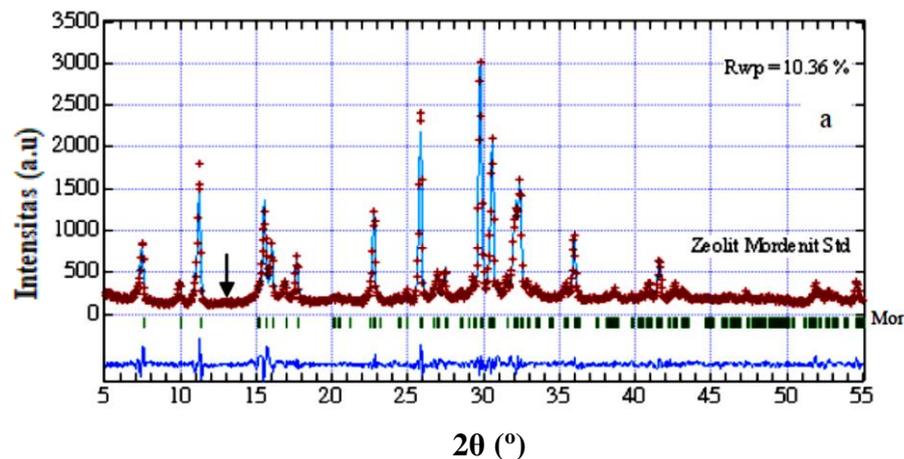
Glukosa yang dihasilkan dari hidrolisis dapat difermentasi sehingga menghasilkan bioetanol (Anugrah dkk., 2020). Glukosa disebut sebagai *starting material* yang dapat dikonversi menjadi bahan bakar seperti bioetanol, biogas, ataupun bahan kimia berkualitas tinggi seperti 5-HMF dan asam levulinat (Sivamani *and* Baskar, 2015).

2.6 . Karakterisasi Zeolit-MOR dan ZSM-5 Pori Hirarki

2.6.1. X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk untuk mengetahui fasa dan tingkat kristalinitas zeolit (Rilyanti dkk., 2020). Digunakan pengukuran pada skala $2\theta = 5^\circ - 50^\circ$ umumnya sudah cukup untuk melingkupi bagian penting dari pola XRD zeolit. Struktur kristal dalam material berfasa tunggal atau lebih akan memiliki pola XRD yang unik. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Hussain *and* Mohammed, 2019) yang menggunakan teknik pertukaran ion dalam

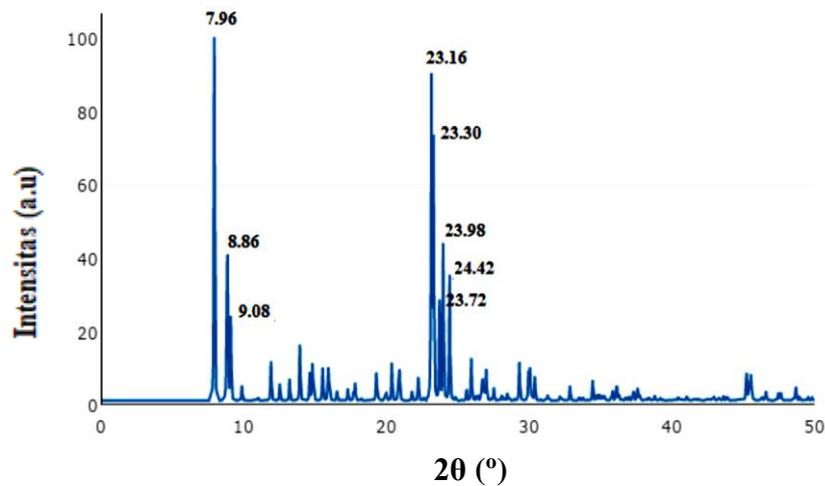
satu langkah impregnasi dibawah suhu konstan untuk mengubah Na-MOR menjadi H-MOR menghasilkan fasa XRD pada puncak $2\theta = 6,57 ; 9,77 ; 19,65 ; 22,36 ; 25,72 ;$ dan $26,36^\circ$ cocok dengan karakteristik puncak yang dimiliki oleh zeolit H-MOR. Spektra XRD standar Zeolit Mordenite ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Difraktogram XRD zeolit-MOR (Suminta, 2006).

Setelah dibandingkan pola difraksi zeolit MOR hasil sintesis tersebut sesuai dengan pola difraksi standar acuan zeolit MOR yang memiliki puncak-puncak karakteristik pada 2θ yaitu $6,5^\circ ; 9,8^\circ ; 13,4^\circ ; 23,2^\circ ;$ dan $27,1^\circ$ (Aly *et al.*, 2012) $31,1^\circ ; 36,4^\circ$ dan $37,0^\circ$ (Gao, 2019).

Setiap jenis zeolit yang disintesis memiliki puncak karakteristik standar XRD dan kristalinitas yang berbeda. Berdasarkan *International Zeolite Association (IZA)* menggambarkan pola XRD Zeolit ZSM-5 yang memiliki puncak-puncak karakteristik yaitu pada $2\theta = 7.96, 8.86, 9.08, 23.16, 23.30,$ dan 23.98° sehingga dapat disimpulkan hasil XRD tersebut merupakan puncak khas dari zeolit ZSM-5. Difraktogram standar ZSM-5 berdasarkan *International Zeolite Association (IZA)* disajikan pada Gambar 8.



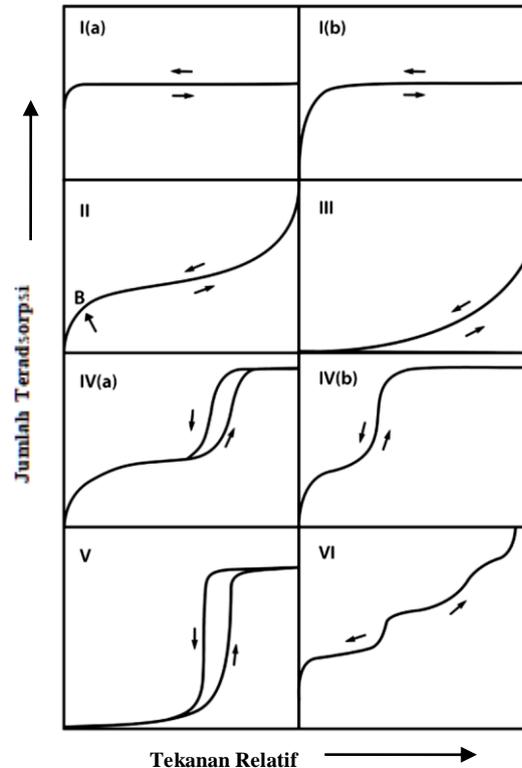
Gambar 8. Difraktogram standar zeolit ZSM-5 (IZA, 2023).

2.6.2. Brunauer–Emmett–Teller (BET)

Karakterisasi menggunakan BET bertujuan untuk menentukan luas permukaan spesifik, volume pori dan diameter pori zeolit (Zhu *et al.*, 2011). Luas permukaan (*surface area*, m^2/g) adalah jumlah pori di setiap satuan luas dari sampel dan luas permukaan spesifik berarti luas permukaan per-gram. Jika diketahui volume gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu maka secara teoritis luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung. Luas permukaan total menjadi kriteria penting untuk katalis padat karena sangat menentukan jumlah situs aktif dalam katalis yang nantinya akan berkaitan dengan aktivitas katalis. Analisis BET dapat membuktikan bahwa zeolit yang diperoleh merupakan zeolit pori hirarki (Rilyanti dkk., 2020).

Analisis BET yang sederhana dapat dilakukan menggunakan teknik adsorpsi BET berupa pengukuran luas permukaan. Metode ini lebih dikenal sebagai metode adsorpsi fisik gas dengan menggunakan prinsip gaya *Van der Waals* dimana sudah diperkenalkan oleh Brunauer, Emmet, dan Teller sejak tahun 1938. Metode BET berdasarkan model yang sangat sederhana dan hanya menggambarkan sebagian kecil adsorpsi isothermal untuk menentukan luas permukaan spesifik dari padatan. Biasanya padatan yang diukur menggunakan metode ini berupa material

tidak berpori, mesopori, dan makropori. Tipe grafik adsorpsi-desorpsi *isotherm* ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Tipe adsorpsi-desorpsi *isotherm* (Thommes *et al.*, 2015)

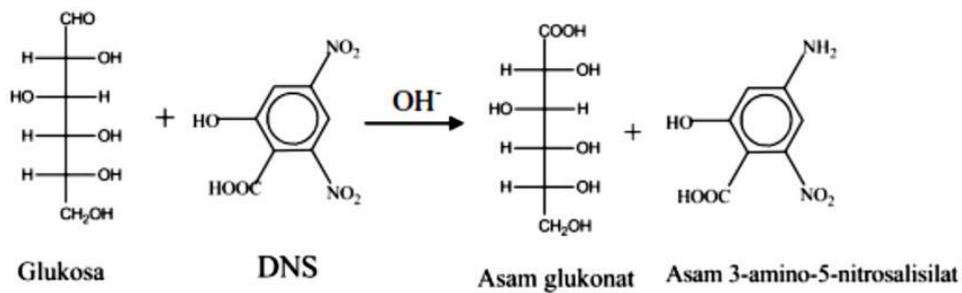
Berdasarkan Gambar 9 menunjukkan tipe adsorpsi isothermis pada metode BET bila volume total gas adsorpsi (V_a) diplotkan sebagai fungsi P/P_0 . Tipe I menunjukkan karakteristik bahan mikropori yang kapasitas adsorpsi nya tinggi dan cepat. Tipe II menunjukkan adsorpsi isotherm bahan non-pori, sedangkan pada tipe III untuk bahan makropori. Tipe IV memiliki ciri utama yaitu adanya histeresis loop dan kenaikan grafik yang tinggi pada P/P_0 , umumnya terdapat pada bahan mesopori seperti silika gel. Pada tipe V menunjukkan bahan berpori namun adsorpsi nitrogen yang rendah pada tekanan relatif rendah, yang mana mengindikasikan bahwa interaksi rendah antara adsorbat dengan adsorben. Tipe VI menunjukkan bahan non-pori. Tipe ini sangat jarang ditemukan dapat dihasilkan pada nitrogen yang diadsorpsi pada karbon.

Untuk membentuk zeolit pori hirarki yang baik pada dasarnya adalah dengan memaksimalkan nilai faktor hirarki (HF) dengan meningkatkan luas permukaan eksternal mesopori tanpa mengurangi volume mikropori. Jika terjadi pembentukan volume mesopori dari perluasan volume mikropori yang secara tidak seimbang akan menyebabkan pengurangan nilai volume mikropori sehingga nilainya menjadi lebih kecil dibandingkan volume mesoporinya. Hal ini mesopori dapat mengurangi efisiensi katalis itu sendiri (Perez-Ramirez *et al.*, 2009).

2.6.3. Metode Asam 3,5 Dinitrosalisilat (DNS)

DNS merupakan senyawa yang dapat bereaksi dengan gula pereduksi menghasilkan asam 3-amino-5-dinitrosalisilat yang mampu menyerap dengan kuat radiasi gelombang elektromagnetik pada panjang gelombang 540 nm. Metode DNS merupakan metode kuantitatif yang banyak digunakan oleh penelitian lain untuk menentukan kadar gula reduksi menggunakan beberapa komponen pendukung yang membantu kerja DNS yaitu KNa-Tartarat, fenol, sodium bisulfit (Na_2SO_3), dan Natrium hidroksida (NaOH). Semakin banyak molekul asam 3-amino-5-dinitrosalisilat yang dihasilkan menunjukkan semakin tinggi kadar gula reduksi dalam sampel sehingga absorbansi sampel juga akan semakin tinggi.

Prinsip dari metode DNS yaitu gula pereduksi akan bereaksi dengan reagen DNS membentuk senyawa asam 3-amino-5-dinitrosalisilat membentuk perubahan warna menjadi kuning kecoklatan. Mekanisme nya gugus aldehid dari satu gula pereduksi suatu sampel akan dioksidasi oleh asam menjadi gugus karboksil dan DNS sebagai oksidator akan tereduksi membentuk asam 3-amino-5-nitrosalisilat yang berlangsung pada pemanasan pada suhu 90-100 °C dalam kondisi basa (Kusuma dkk., 2017), sehingga menghasilkan senyawa asam 3-amino-5-dinitrosalisilat yang nantinya akan dilanjut pengukuran absorbansinya untuk menentukan konsentrasi gula pereduksi melalui spektrofotometer UV-Vis, pada panjang gelombang 540 nm. Berikut skema reaksi DNS dengan glukosa ditunjukkan oleh Gambar 10.



Gambar 10. Reaksi DNS dengan glukosa (Hu *et al.*, 2015).

Meskipun harganya mahal dibanding metode lain seperti *Semogy-Nelson* (NS), metode DNS lebih banyak digunakan dalam penelitian karena memiliki tingkat ketelitian yang tinggi sehingga dapat diaplikasikan pada gula dengan kadar yang sangat kecil. Selain itu, dalam preparasi pembuatannya metode DNS lebih praktis dan mudah dilakukan untuk pengamatan sampel dibandingkan metode NS (Pratiwi, 2018).

2.6.4. Spektrofotometer *UV-Vis*

Spektrofotometer *UV-Vis* (*Ultraviolet-Visible*) adalah alat untuk mengukur transmittan 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 atau Wolfram. Menurut penjelasan dari Khopkar (2008) prinsip kerja dari alat ini adalah cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer, yang kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal).

Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian 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). Pengujian spektrofotometer *UV-Vis* dilakukan setelah filtrat hasil hidrolisis diuji menggunakan metode DNS terlebih dahulu.

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan September 2022 hingga September 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi sampel menggunakan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) di Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November (ITS), *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro (UNDIP), Laboratorium Karakterisasi Lanjut Kimia Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN), dan Laboratorium Instrumentasi dan Analisis Institut Teknologi Bandung (ITB), serta Spektrofotometer *Ultra Violet-Visible* (UV-Vis) dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Universitas Lampung (Unila).

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca analitik, oven, gelas kimia, gelas ukur, gelas piala, erlenmeyer, labu ukur, spatula, termometer, corong kaca, loyang, *hotplate stirrer*, tanur, spinbar, batang pengaduk, cawan penguap, botol polipropilen, seperangkat *autoclave*, mortal dan alu, pipet tetes, sentrifus, buret, kaca arloji, desikator, statif dan klem, pH meter, tanur, *X-Ray Diffraction* (XRD) merek PANalitycal MPD PW3040/60 tipe X'Pert PRO Inggris, *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) merek *Quantachrome* ASiQwin™ tipe 3.01 Inggris, merek *Micromeritics Instrumentation* Jerman, dan merek *Quantachrome* TouchWin™ tipe 1.2 Inggris, serta Spektrofotometer *Ultra Violet-Visible* (UV-Vis) merek HITACHI modelU 2000 Jepang .

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain LUDOX, asam nitrat teknis 2,5 dan 10 %, larutan natrium hidroksida (NaOH 2 M), kertas saring, akuades, dan pH meter, larutan natrium hidroksida (NaOH) 50 % (w/w), tepung tapioka, $\text{Al}(\text{OH})_3$, kertas saring, akuades, dan kulit singkong.

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Sintesis Zeolit MOR dan ZSM-5 Menggunakan Metode Hidrotermal

3.3.1.1. Sintesis Zeolit MOR

Sintesis MOR dan silika komersil telah dilakukan dengan perbandingan molar pereaksi 1 SiO_2 : 0,0677 $\text{Al}(\text{OH})_3$: 0,25 NaOH: 30 H_2O . Secara rinci komposisi molar masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 3 dan Tabel 4:

Tabel 3. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis mordenit berbasis silika LUDOX dengan tepung maizena.

Komposisi	SiO_2	NaOH	H_2O	$\text{Al}(\text{OH})_3$
Molar	1	0,25	30	0,07
MW (g/mol)	60	40	18	102
p (g/mL)	1,3	1,515	-	-
W (g)	60	10	540	6,80

Tabel 4. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis mordenit berbasis silika LUDOX dengan tepung maizena.

Bahan	p (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoclave (g)*
SiO_2 dari LUDOX	-	40	60	150, 2	4, 39
$\text{Al}(\text{OH})_3$	-	100	81, 97	5,47	0, 16
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	20	0, 59
Pati 5%	-	10	6	8,46	0, 22
H_2O dibutuhkan	-	-	18	550	12, 36

*massa yang dihitung merupakan massa untuk 1 teflon ukuran 25 mL

Pertama, NaOH 50% (w/v) ditimbang dan dimasukkan dalam botol polipropilen, kemudian ditambahkan silika LUDOX dan akuades lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam hingga homogen. Selanjutnya, sampel dipanaskan menggunakan *oil bath* pada suhu 80 °C selama 2 jam. Lalu, campuran tersebut didinginkan hingga suhu ruang dengan tetap diaduk. Kemudian ditambahkan tepung maizena sebanyak 5% dari berat silika dan diaduk selama 24 jam dengan suhu ruang. Selanjutnya, dimasukkan ke dalam *autoclave* untuk disintesis secara hidrotermal, pada suhu 180 °C selama 6 hari. Padatan hasil sintesis dikeringkan semalaman dengan oven pada suhu 105 °C. Endapan yang telah kering dikalsinasi dalam tanur pada suhu 550 °C selama 5 jam.

Menggunakan prosedur dan komposisi molar yang sama dilakukan sintesis zeolit MOR tanpa menggunakan mesoporogen dengan metode hidrotermal. Hal ini dilakukan untuk menghasilkan zeolit MOR sebagai kontrol atau pembandingan dengan hasil sintesis zeolit MOR yang menggunakan mesoporogen pati dari tepung maizena 5%.

3.3.1.2. Sintesis Benih ZSM-5

Benih ZSM-5 disintesis dengan perbandingan molar pereaksi 1 SiO₂ : 0,248 Al(OH)₃ : 0,229 NaOH : 0,240 TPA-Br : 30,000 H₂O (Putri, 2021). Semua prekursor yang digunakan dibuat dalam bentuk gel dan dikonversi menjadi 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 5 dan Tabel 6.

Tabel 5. Komposisi molar pereaksi benih ZSM-5

Komposisi	SiO ₂	NaOH	H ₂ O	Al(OH) ₃	TPA-Br
Molar	1	0,23	30	0,03	0,24
MW (g/mol)	60	40	18	78	266, 26
p (g/mL)	-	-	-	-	-
W (g)	60	9, 17	540	19, 34	63,9

Tabel 6. Perhitungan komposisi campuran sintesis benih ZSM-5

Bahan	p (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoclave (g)*
SiO ₂	-	100	60,08	-	7,66
Al(OH ₃)	-	100	78	25,72	0,49
NaOH 50% (w/v)	1,52	50	40	20	0,94
TPA-Br	-	100	266,6	-	3,26
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	13,4	-
H ₂ O dibutuhkan	-	-	18	550	27,09

*massa yang dihitung merupakan massa untuk 1 teflon ukuran 25 mL

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Putri, 2021) komposisi campuran pada Tabel 7 diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam agar campuran homogen dan membentuk gel, 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 60°C. Untuk menghilangkan sisa cetakan organik (*template*) dan membuka pori yang terdapat pada benih ZSM-5 tersebut maka dilakukan kalsinasi dengan cara dipanaskan dalam tanur pada suhu 550°C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD untuk memperoleh data mengenai kristalinitas benih ZSM-5.

3.3.1.3. Sintesis Zeolit ZSM-5

Pada penelitian ini sintesis ZSM-5 pori hirarki dilakukan dengan penambahan pati sebagai mesoprogen menggunakan metode preparasi gel dengan menggunakan komposisi molar sebagai berikut: 1 SiO₂: 0,250 NaOH: 0,067 Al(OH)₃: 30,000 H₂O (Salis, 2022). Secara rinci komposisi molar dari masing-masing pereaksi dapat dilihat pada Tabel 7 dan Tabel 8.

Tabel 7. Komposisi molar pereaksi ZSM-5 menggunakan mesoporogen

Komposisi	SiO ₂	NaOH	H ₂ O	Al (OH) ₃
Molar	1	0,25	30	0,07
MW (g/mol)	60	40	18	102
p (g/mL)	1,3	1,51	-	-
W (g)	60	10	540	6,8

Tabel 8. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis zeolit ZSM-5 dengan tepung maizena.

Bahan	p (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	Massa untuk 1 autoclave (g)*
SiO ₂ dari LUDOX	-	40	60	150, 2	4, 39
Al(OH) ₃	-	100	81, 97	5,47	0, 16
NaOH 50% (w/v)	1,515	50	40	20	0, 59
Pati 5%	-	10	6	8,46	0, 22
H ₂ O dari NaOH	-	-	18	13,4	-
H ₂ O dibutuhkan	-	-	18	550	12, 36

*massa yang dihitung merupakan massa untuk 1 teflon ukuran 25 mL

Pertama, NaOH 50% (w/w) ditimbang dan dimasukkan ke dalam botol polipropilen, kemudian ditambahkan silika LUDOX dan akuades (H₂O) diaduk hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 30 menit. Selanjutnya, sampel dipanaskan menggunakan *oilbath* dan diaduk selama 1 jam pada suhu 80°C menggunakan *hotplate stirrer*. Campuran berbentuk gel kemudian didinginkan hingga suhu ruang sambil tetap diaduk untuk persiapan ke tahap berikutnya. Setelah gel berada pada suhu ruang, gel ditambahkan benih ZSM-5 15% dan pati sebagai bio-mesoporogen sebanyak 5% dari jumlah silika yang digunakan. Campuran dihomogenkan pada suhu ruang selama 24 jam, lalu dipindahkan ke dalam teflon autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal selama 144 jam. Selanjutnya *crude* produk hasil sintesis disaring dan dicuci dengan akuades dan dikeringkan dengan oven pada suhu 90 °C selama 2 jam.

Menggunakan prosedur dan komposisi molar yang sama dilakukan sintesis ZSM-5 tanpa menggunakan pati dengan metode hidrotermal. Hal ini dilakukan untuk

menghasilkan ZSM-5 sebagai kontrol atau pembanding dengan hasil sintesis ZSM-5 yang menggunakan mesoporogen pati dari tepung maizena 5%.

3.3.2. Karakterisasi Zeolit MOR dan ZSM-5

Hasil sintesis zeolit MOR dan zeolit ZSM-5 baik yang konvensional maupun pori hirarki dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) mengonfirmasi kristal zeolit yang terbentuk dan penentuan luas permukaan dan ukuran pori zeolit ditentukan dengan menggunakan metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET).

3.3.3. Uji Aktivitas Katalitik

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

Zeolit MOR dimodifikasi menjadi katalis zeolit H-MOR menggunakan metode pertukaran ion (*ion exchange*) berdasarkan metode yang telah dilakukan oleh Zhao *et al.* (2019). Sebanyak 1 g zeolit-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).

Disamping itu, persiapan katalis H-ZSM-5 dilakukan dengan cara ZSM-5 dari silika LUDOX yang dihasilkan selanjutnya dimodifikasi menjadi katalis H-ZSM-5. Metode yang digunakan ialah metode pertukaran ion (*ion exchange*) yang telah dilakukan oleh Veses *et al.* (2016) dengan menambahkan larutan NH_4NO_3 1 M. Sebanyak 1 g ZSM-5 menggunakan mesoporogen dan tanpa mesoporogen hasil sintesis dicampurkan dengan 12 mL larutan NH_4NO_3 1 M sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 24 jam. Setelah itu, campuran yang didapat kemudian disaring dan dicuci akuades sampai netral, lalu dikeringkan

menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 13 jam dan dikalsinasi dengan cara dipanaskan pada tanur pada suhu 450 °C selama 6 jam.

3.3.3.2. Persiapan Bahan Baku Kulit Singkong

Sebelum uji aktivitas katalitik pada reaksi hidrolisis dilakukan persiapan bahan kulit singkong sebagai sumber selulosa terlebih dahulu yang diperoleh dari Sentra Oleh-Oleh di Jalan PU Bandar Lampung. Proses preparasi diawali dengan pengupasan kulit singkong (dipisahkan dari kulit terluarnya) dan pembersihan yang dicuci hingga bersih dari pengotor, kemudian dijemur di bawah sinar matahari. Kemudian, dihancurkan dengan di-blender hingga menjadi bubur dan dikeringkan dengan sinar matahari sampai diperoleh berat konstan. Setelah didapatkan bubuk kulit singkong kering kemudian ditumbuk dengan mortar dan diayak dengan ayakan 200 mesh agar diperoleh serbuk yang lebih halus. Selanjutnya serbuk kulit singkong yang telah kering dan halus diberi perlakuan secara alkali untuk memurnikan selulosa dengan menghilangkan lignin dan hemiselulosa dalam dalam serat kulit singkong.

Sebanyak 10 g kulit singkong dimasukkan ke dalam 200 mL larutan NaOH 4% dan diaduk menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu 90 °C sambil diaduk konstan selama 2 jam. Kemudian, kulit singkong dibilas dengan akuades berulang sampai 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.

3.3.3.3. Reaksi Hidrolisis

Pre-treatment menggunakan metode *mix-milling* dilakukan sebelum proses hidrolisis dengan mencampurkan masing-masing katalis baik zeolit H-MOR maupun H-ZSM-5 dengan tepung selulosa dan ditumbuk menggunakan mortar dan alu selama 24 jam (Kanpichcha *et al.*, 2018). Sebelumnya, sebanyak 0,05 g katalis H-MOR dan H-ZSM-5 hasil sintesis masing-masing dicampurkan dengan 0,03 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 hasil campuran yang telah ditumbuk dan dimasukkan ke dalam oven. Reaksi hidrolisis dilakukan pada suhu 140 °C selama 3 jam. Kemudian setelah proses hidrolisis selesai, larutan tersebut didinginkan dan dipisahkan dari endapannya menggunakan kertas saring. Filtrat yang didapat kemudian digunakan untuk analisis gula pereduksi. Suhu hidrolisis optimum, waktu optimum hidrolisis yang dibutuhkan dan jumlah katalis optimum yang digunakan diperoleh setelah dilakukan variasi berikut.

a. Penentuan Suhu Optimum

Suhu optimum merupakan suhu dengan % konversi terbesar dari hidrolisis selulosa menjadi glukosa yang digunakan untuk penentuan waktu dan jumlah katalis optimum. Pengujian aktivitas katalitik H-zeolit menggunakan metode reaksi hidrolisis pada penelitian yang dilakukan oleh Intaramas *et al.* (2018). Variasi suhu yang digunakan ialah 120, 130, 140, 150 dan 160 °C. Filtrat yang didapat digunakan untuk analisis gula pereduksi sedangkan sisa endapan dihitung rendemennya. Perhitungan rendemen disajikan pada Persamaan 3.

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat Akhir}}{\text{Berat Awal}} \times 100\% \quad (3)$$

(Kanpichcha *et al.*, 2018).

b. Penentuan Waktu Reaksi Optimum

Waktu reaksi hidrolisis merupakan salah satu faktor penting yang menentukan laju reaksi hidrolisis. Setelah kondisi optimum yang diperoleh dari variasi variabel suhu maka dapat digunakan untuk menentukan waktu reaksi optimum. Variasi waktu yang digunakan adalah 2, 3, 4, 5 dan 6 jam sesuai dengan yang dilakukan oleh Intaramas *et al.* (2018). Kondisi optimum yang didapat dari waktu reaksi digunakan untuk menentukan jumlah katalis optimum.

c. Penentuan Jumlah Katalis Optimum

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Intaramas *et al.* (2018) variasi jumlah katalis zeolit H-ZSM-5 pori hirarki dengan mesoporogen yang digunakan ialah 0,01; 0,02; 0,04; 0,03; dan 0,05.

d. Analisis Glukosa

Pembuatan kurva standar glukosa dilakukan sebelum gula pereduksi dianalisis. Setelah dibuat kurva standar, dilakukan penentuan kadar gula pereduksi pada filtrat hasil hidrolisis dengan metode DNS. Sebanyak 1 mL sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2 mL akuades dan 1 mL reagen DNS, dan dihomogenkan. Tabung reaksi ditutup dengan alumunium 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. 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 diperoleh pada penelitian ini dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. ZSM-5 dan MOR dengan mesoporogen dan tanpa mesoporogen telah berhasil disintesis menggunakan metode preparasi gel prekursor secara hidrotermal dengan bantuan benih, dibuktikan dari pola difraksi zeolit hasil sintesis sesuai terhadap standar dengan persen kristalinitas ZSM-5 dan MOR dengan mesoporogen sebesar 66 dan 50% serta tanpa mesoporogen sebesar 67 dan 68%.
2. Sintesis ZSM-5 dan MOR pori hirarki dengan penambahan tepung maizena sebagai mesoporogen menghasilkan diameter pori sebesar 1,7 nm dan 9 nm.
3. Diperoleh kondisi optimum reaksi hidrolisis selulosa kulit singkong menggunakan katalis H-ZSM-5 dan H-MOR pada suhu 140 °C selama 4 jam dengan perbandingan rasio (selulosa : katalis) sebesar (5 : 3). Hasil katalitik terbaik didapatkan dari penggunaan H-ZSM-5 dan H-MOR pori hirarki menggunakan mesoporogen yang dibuktikan dengan persen konversi selulosa paling tinggi sebesar 74% untuk H- MOR dan 63% untuk H-ZSM-5.

5.2. Saran

Berdasarkan hasil yang diperoleh disarankan pada penelitian selanjutnya melakukan kajian lanjutan mengenai pengaruh tepung maizena sebagai mesoporogen untuk membentuk mesopori terhadap sintesis zeolit dengan sebelumnya melakukan proses pemurnian terlebih dahulu agar terbebas dari pengotor tepung maizena. Kemudian, mengakumulasi dan menentukan rasio Si/Al

dari komposisi molar yang baik digunakan untuk mensintesis zeolit pori hirarki menggunakan mesoporogen tepung maizena. Selain itu, melihat penelitian ini masih baru dilakukan dan belum pernah dilakukan oleh penelitian sebelumnya yaitu menggunakan mesoporogen dari tepung maizena maka diharapkan pada penelitian selanjutnya dapat melakukan variasi waktu atau suhu *aging* untuk menentukan variabel optimum yang dapat menghasilkan zeolit pori hirarki dengan tingkat kristalinitas dan keefektifitasan katalis yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Affandi, S.H., Setyawan, S., Winardi, A. Purwanto, and Balgis, R. 2009. A Facile Method for Production of High-Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash. *Journal Advanced Powder Tecnology*. 20 : 468-472.
- Aly, H. M., Moustafa, M. E., and Abdelrahman, E. A. 2012. Synthesis of Mordenite Zeolite in Absence of Organic Template. *Advanced Powder Technology*. 23 : 757–760.
- Anne Julbe and Martin Drobek. 2016 . ZSM-5 Zeolite Membrane. *Z*. 1(2) : 2069–2070.
- Anugrah, R., Mardawati, E., Putri, S. H., dan Yulian, T. 2020. Karakterisasi Bioetanol Tandan Kosong Kelapa Sawit Dengan Metode Pemurnian Adsorpsi (Adsorpsi Menggunakan Adsorben Berupa Zeolit). *Jurnal Industri Pertanian*. 2(1) : 113 – 123.
- Armbruster, T., and Gunter, E. M. 2001. Crystal Structures of Natural Zeolites. *Geochem*. 45 : 1–67.
- Audy, D., Herling, D, T. 2008. Derajat Kristalisasi sebagai Fungsi Waktu dan Waktu Kristalisasi pada Sintesis Zeolit dengan Gelombang Mikro. *Chemistry Program*., 1(1) : 19–24.
- Cejka, J., Bekkum, H. V., Corma, A., and Schuth, F. 2007. Introduction to Zeolite Science and Practice 3RD Revised Edition. *Elsevier*.
- Cerna, T., Pangan, S., & Herawati, H. (2016). Potensi Pengembangan Produk Pati Tahan Cerna sebagai Pangan Fungsional. *Jurnal Penelitian Dan Pengembangan Pertanian*. 30(1) : 31–39.
- Cheng, X., Mao, J., Lv, X., Hua, T., Cheng, X., Long, Y., And Tang, Y. 2014. Fast synthesis of nanosized zeolite beta from a low-seeded, low-templated dry gel with a seeding-steam-assisted conversion method.. *Journal Of Materials Chemistry A*, 5.
- Cholilie, A. I. dan Zuari, L. 2021. Pengaruh Variasi Jenis Perekat terhadap Kualitas Biobriket Berbahan Serabut dan Tandan Buah Lontar (Borassus

- flabellifer L.). *Agricultural Journal*. 4(3) : 391–340.
- Endalew, A. K., Yohannes, K., and Rolando, Z. 2011. Inorganic Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production from Vegetable Oils. *Biomass and Bioenergy*. 35(1) : 3787–3809.
- Fitriyana, D. F., Sulardjaka, Iskandar, N., dan Dzulfikar, M. 2018. Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Ukuran Kristal Zeolit A yang Disintesis dari Limbah Geotermal. *Momentum*. 14(2) : 29–33.
- Gao, S. 2019. Improving the Acidic Stability of Zeolitic Imidazolate Frameworks by Biofunctional Molecules. *Chem*. 5(6) : 1597–1608.
- Goenadi, H. D. 2004. Teknologi Pengolahan Zeolit Menjadi Bahan yang Memiliki Nilai Ekonomi Tinggi. *Jurnal Zeolit Indonesia*. 3(1) : 1411–6723.
- H M Hussain and A A K Mohammed. 2019. Preparation and Characterization of mordenite Zeolite from Iraqi Sand. *Materials Science and Engineering*. 518(2019) : 2–8.
- Hartati, Widiati, A. A., dan Lutfiah, K. 2019. Sintesis Zeolit ZSM-5 dari Metakaolin Terdealuminasi Tanpa Cetakan Organik dengan Metode Desilikasi. *Akta Kimia Indonesia*. 4(1). 63–74.
- Helwani Z, Othman M.R, Aziz N, Kim J, F. W. J. N. 2009. Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol. *Applied Catalysis A-General*. 363 : 1–10.
- Hisham, M. Aly, M., Moustafa, E. and Abdelrahman, A. 2012. Synthesis of Mordenite in Absence of Organic Template. *Advanced Powder Technology*. *Advanced Powder Technology*. 23 : 757–760.
- 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.
- Huang, Y.B. and Yao, F. (2013). Hydorlysis of Cellulose to Glucose by Solid Acid Catalysts. *Green Chemistry*, 15, 1095–1111.
- 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* : 837–847.

- Jiang, J., Duanmu, C., Yang, Y., Gu, X., and Chen, J. 2014. Synthesis and characterization of high siliceous ZSM-5 zeolite from acid-treated palygorskite. *Powder Technology : Elsevier*. 251 : 9–14.
- Juniawati. 2003. Optimasi Proses Pengolahan Mi Jagung Instan Berdasarkan Kajian Preferensi Konsumen. *Skripsi*. Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan. Fakultas Teknologi Pertanian. IPB.
- Kadja, G. T. M., R. R. Mukti, Z. Liu, M. Rilyanti, Ismunandar, I. N. Marsih, M. Ogura, T. Wakihara, and T. O. 2016. Mesoporous-free synthesis of hierarchically porous ZSM-5 below 100 Å °C. *Microporous and Mesoporous Materials*. 226 : 344–352.
- Kalvachev, Y. Todorova, T., and Popov, C. 2021. Recent Progress in Synthesis and Application of Nanosized and Hierarchical Mordenite—A Short Review. *Catalysts*. 11(308) : 6–16.
- 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.
- Khaleel, M., Andrew, J., Wagner, K., Andre M., and M. T. 2016. On the Rotational Intergrowth of Hierarchical FAU/EMT Zeolites. *Angewandte Communications*. 53 : 9456–9461.
- Kim, S.D., Si Hyun Noh, Jun Woo Park, and W. J., & Kim. 2006. Organic-free synthesis of ZSM-5 with narrow crystal size distribution using two-step temperature process. *Microporous Mesoporous Matter* : 181–188.
- Kosanovic, C. Havancsák, K., Subotic, B., Svetlic'ic, V., Radic, M.T., Cziráki, A., Huhn, G., Buljan, I., and Smrec'ki, V. 2011. Study of the mechanism of formation of nano-crystalline zeolite X in heterogeneous system. *Microporous and Mesoporous Materials*. 142 : 139–146.
- Krisentiana, M. S. 2022. Sintesis, Karakterisasi dan Uji Katalitik ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika Ampas Tebu Termodifikasi Logam Ni pada Reaksi Hidrolisis Selulosa. *Skripsi*. Universitas Lampung.
- Li, F., Zhang, Q., and Wang, Y. 2008. Size dependence in solvent-free aerobic oxidation of alcohols catalyzed by zeolite-supported palladium nanoparticles. *Applied Catalysis A: General*. 334 : 217–226.

- Ma, T., Zhang, L., Song, Y., Shang, Y., Zhai, Y., and Gong, Y. 2018. A Comparative Synthesis of ZSM-5 with Etanol or TPABr template : Distinction of Brønsted/Lewis Acidity Ratio and Its Impact On : N-Hexane Cracking. *Catalysis Science and Technology*. 8(7) : 1923–1935.
- Masina, N., Choonara, Y. E., Kumar, P., du Toit, L. C., Govender, M., Indermun, S., & Pillay, V. 2017. A review of the chemical modification techniques of starch. *Carbohydrate Polymers*. 157 : 1226–1236.
- Mastuti, E. dan Setyawardhani, D. A. 2010. Pengaruh Variasi Temperatur dan Konsentrasi Katalis pada Kinetika Reaksi Hidrolisis Tepung Kulit Ketela Pohon. *Ekuilibrium*. 9 : 23–27.
- Metta, A., Ginting, B. S., dan Saputra, H. 2014. Sintesis ZSM-5 dari Coal Fly Ash (CFA) dengan Sumber Silika Penambah yang Berasal dari Abu Sekam Padi: Pengaruh Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Terhadap Kristalinitas Produk. *Jurnal Rekayasa Prose*. 8(2) : 62–68.
- Mignoni, M. L., Petkowicz, D. I., Nádia, 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.
- Nasikin, M. dan Bambang, H. 2010. *Katalis Heterogen*. UI-Press.
- Nayak, A., Pulidindi, I.N., and Rao, C. S. 2020. Novel Strategies for Glucose Production from Biomass Using Heteropoly Acid Catalyst. *Renewable Energy*. 159(215-220) : 1–6.
- Pan, T., Zhijie, W., and Alex, C. K. Y. 2019. Advances in the Green Synthesis of Microporous and Hierarchical Zeolites : A Short Review. *Catalysts*. 9(3) : 2–18.
- Perez-Ramirez, J., Verboekend, D., Bonilla, A., and Sonia, A. 2009. Zeolite Catalysts with Tunable Hierarchy Factor by Pore-Growth Moderators. *Advanced Functional Materials*. 19 : 3972–3979.
- Petushkov, A., Yoon, S., and Larsen, S. 2011. Synthesis of Hierarchicalnanocrystalline ZSM-5 with Controlledparticle Size and Mesoporosity. *Micropor.Mesopor. Mater.* 137 : 92-103.
- Praputri, E., Sundari, E., Firdaus, F., Sofyan, S. 2018. Penggunaan katalis homogen dan heterogen pada proses hidrolisis pati umbi singkong karet menjadi glukosa. *Jurnal Litbang Industri*. 8(2) : 105 – 110.

- Putri, M. T. Y. 2021. Sintesis HZSM-5 dari Silika Abu Ampas Tebu (Bagasse) menggunakan Metode Hidrotermal dan Uji Katalitik Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa menjadi Biodiesel. *Skripsi*. Universitas Lampung.
- Rahma, A. 2019. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan Penambahan Zeolit HY, Zeolit Hirarki HY dan Silika*. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Rilyanti, M., R. R. Mukti, G. T. M. Kadja, M. Ogura, H. Nur, E.-P. Ng, and I. 2016. On the drastic reduction of organic structure directing agent in the steam-assisted crystallization of zeolite with hierarchical porosity. *Microporous and Mesoporous Materials*. 230 : 30–38.
- Rilyanti, M. Shilviana, E.G., Buhani., Pandiagan, K. D. Juliasih, R. G. L. N. 2020. Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit Mordenit (Mor) Pori Hirarki Berbasis Silika Abu Ampas Tebu. *Analytical and Environmental Chemistry*. 5(2) : 178–191.
- Rini, D.K., F. A. 2010. *Optimasi Aktiviiasi Zeolit Alam Untuk Dehumidifikasi*. Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Santos, S. P., Almeida, C. N., Santos, I., Marques, F. M., Fernandes, D. L. 2018. Synthesis and Characterization of Mesoporous Mordenite Zeolite using Soft Templates. *Catalysis Letter*. 148(1) : 1870–1878.
- Scarlett, N. V. Y., and Madsen, I. C. 2018. Effect of microabsorption on the determination of amorphous content via powder X-ray diffraction. *Powder Diffraction*.. 33(1) : 26–37.
- Schubert, U., and Housing, E. 2000. *Synthesis Of Inorganic Materials*. Federal Republic Of German.
- Sediawan, W.B., Megawati, Millati, R., dan Syamsiah, S. 2007. *Hydrolysis of Lignocellulosic Waste for Ethanol Production*. International Biofuel Conference.
- Setyawan. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis. *Jurnal Ilmu Dasar*. 2(3) : 103–109.
- Simonic, P. and Armbruster, T. (2004). Peculiarity and defect structure of the natural and synthetic zeolite mordenite: A single-crystal X-ray study. *Am.*

Mineral. 89 : 421–431.

- Sivamani, S. and Baskar, R. (2015). Optimaization of bioethanol Production from Cassava Peel Using Statistical Experimental Design. *Environmental Progress Sustainable Energy*. 34 : 567–574.
- Song, G., Wenting, C., Peipei, D., Shengyuan, Y., Yuan, Z., Yuanyo, W., R., & X., Rong, M., and Fuxiang, L. 2018. Synthesis and Characterization of Hierarchical ZSM-5 Zeolites with Outstanding Mesoporosity and Excellent Catalytic Propoerties. *Nanoscale Research Letters*. 13(364) : 1–13.
- Srivastava, C. V., Mall, D.I., Mishra, M. I. 2006. Characterization of mesoporous rice husk ash (RHA) and adsorption kinetics of metal ions from aqueous solution onto RHA. *Journal of Hazardous Materials* : 257–267.
- Supandi Suminta. 2006. Characterization Of Natural Zeolite By X-ray Diffractometer. *Jurnal Zeolit Indonesia*. 5(2) : 52–67.
- Thommes. M., Kaneko. K., Neimark. V. A., Olivier. P. J., Rodriguez-Reinoso., F. Rouquerol. J., and S. S. W. K. 2015. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution. *Chemistry*. 87(9-10) : 1051–1069.
- Velaga, B., Doley, R., & Peela, N. R. 2021. Rapid Synthesis Of Hierarchical ZSM-5 Zeolites For The Reactions Involving Larger Reactant Molecules. *Advanced Powder Technology*. 32(4) : 1033-1046.
- Wang, Y., Jianjun, S., Nathan, C., Baxter, Guan-Tsern, K., and Shengnian, W. 2017. Synthesis of Hierarchical ZSM-5 Zeolites by Solid-State Crystallization and Their Catalytic Properties. *Journal of Catalysis* : 349(1). 53–65.
- Wicakso Doni Rahmat. 2008. Pengaruh Konsentrasi Katalis (H₂so₄) Terhadap Reaksi Hidrolisis Polisakarida Dari Sampah Kota (Sayur Dan Buah). *Info – Teknik*. 9(1) : 31–35.
- Widyastuti, L. 2007. *Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel Dengan Menggunakan Katalis KOH*. Universitas Negeri Semarang.
- Wustoni, S., Mukti, R. R., Wahyudi, A., and I. 2011. Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia. *Jurnal Matematika & Sains*, 16(3) : 158–159.

- Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q., and Chen, J. 2007. *Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials : Synthesis and Structure*. John Wiley and Sons (Asia) Pte Ltd. Singapore.
- Xuan, H.V., Armbruster, U., and A. M. 2016. Micro/Mesoporous Zeolitic Composites : Recent Development in Synthesis and Catalytic Applications. *Catalysts*. 6(183) : 1–23.
- Zhang, Y., Hu, L., Han, J., Jiang, Z., & Zhou, Y. 2010. Soluble starch scaffolds with uniaxial aligned channel structure for in situ synthesis of hierarchically porous silica ceramics. *Microporous and Mesoporous Materials*. 130(1–3) : 327–332.
- Zhang, Y., Hu, L., Han, J., Jiang, Z., and Zhou, Y. 2010. Soluble starch scaffolds with uniaxial aligned channel structure for in situ synthesis of hierarchically porous silica ceramics. *Microporous and Mesoporous Materials*. 130(1–3) : 327–332.
- Zhao, N., Cheng, Q., Lyu, S., Guo, L., Tian, Y., Ding, T., Xu, J., Ma, X., and L., & X. 2019. Promoting Dimethyl Ether Carbonylation over Hot-Water Pretreated H-Mordenite. *Catalysis Today*. 10(13) : 1–30.
- Zhou, L., Liu, Z., Shi, M., Du, S., Yang, X., and Xu, J. 2013. Sulfonated Hierarchical H-USY Zeolite for Efficient Hydrolysis of Hemicellulose/Cellulose. *Carbohydrate Polymers*. 98(1) : 146–151.
- Zhu, Y., Z. Hua, J. Zhou, L. Wang, J. Zhao, Y. Gong, W. Wu, M. Ruan, and J. S. 2011. Hierarchical mesoporous zeolites: Direct self-assembly synthesis in a conventional surfactant solution by kinetic control over the zeolite seed formation. *Chemistry - A European Journal*. 17(51) : 14618–14627.