

**STUDI PENGARUH LOGAM NIKEL TERHADAP AKTIVITAS  
KATALITIK H-ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE*  
*BAGASSE ASH* PADA REAKSI HIDROLISIS SEKAM PADI**

(Skripsi)

Oleh

*PUTRI ARDILA BUANA*



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2024**

## ABSTRAK

### STUDI PENGARUH LOGAM NIKEL TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK H-ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE BAGASSE ASH* PADA REAKSI HIDROLISIS SEKAM PADI

Oleh

PUTRI ARDILA BUANA

Ampas tebu dan sekam padi menjadi salah satu limbah biomassa yang melimpah di Provinsi Lampung. Dalam penelitian ini, memanfaatkan potensi limbah biomassa berupa abu ampas tebu (*Sugarcane Bagasse Ash/SCBA*) sebagai sumber silika dan sekam padi sebagai sumber selulosa untuk dihidrolisis menjadi glukosa dalam penentuan aktivitas katalitik ZSM-5.

Rangkaian tahap penelitian yang dilakukan, yaitu ekstraksi silika SCBA sebagai prekursor sintesis ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki menggunakan pati sebagai bio-mesoporogen dan penambahan benih ZSM-5 (*seed assisted*) secara hidrotermal pada suhu 170 °C selama 144 jam, pertukaran ion menjadi bentuk H-ZSM-5 dan impregnasi menggunakan logam Ni, serta uji aktivitas katalitik pada reaksi hidrolisis selulosa sekam padi.

Silika SCBA memiliki rendemen 12,01%, berfasa dominan *amorf* dari hasil XRD, rasio Si/Al setelah dealuminasi 3,662, dan terkonfirmasi gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki telah berhasil disintesis dengan kristalinitas masing-masing 24,98 dan 84,55%, rasio Si/Al 29,88 dan 25,08, morfologi berbentuk heksagonal dan patikel kasar pada karakterisasi SEM, serta diameter pori berukuran 5,66 nm pada ZSM-5 pori hirarki. Impregnasi Ni pada ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki memperoleh Si/Al 4,66 dan 13,09 dengan morfologi Ni yang tidak berbeda dari ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki, serta diameter pori berukuran 3,44 nm pada Ni/H-ZSM-5 pori hirarki. Kondisi optimum uji katalitik pada reaksi hidrolisis yaitu suhu 140 °C selama 3 jam dengan rasio 3:5. Konsentrasi glukosa tertinggi diperoleh menggunakan katalis Ni/H-ZSM-5 pori hirarki sebesar 70,47%.

**Kata Kunci:** Silika SCBA, ZSM-5, impregnasi, reaksi hidrolisis.

## **ABSTRACT**

### **STUDY OF THE EFFECT NICKEL METAL ON THE CATALYTIC ACTIVITY OF H-ZSM-5 HIERARCHY BASED ON SILICA SUGARCANE BAGASSE ASH IN THE HYDROLYSIS REACTION OF RICE HUSK**

**By**

**PUTRI ARDILA BUANA**

Sugarcane bagasse and rice husks are abundant biomass waste in the Province of Lampung. This research harnesses the potential of biomass waste in the form of sugarcane bagasse ash (SCBA) as a silica source and rice husks as a cellulose source for hydrolysis into glucose to determine the catalytic activity of ZSM-5. The research process involves extracting SCBA silica as a precursor for synthesizing ZSM-5 and hierarchical pore ZSM-5 using starch as a bio-mesoporegen, adding ZSM-5 seeds (seed assisted) hydrothermally at 170 °C for 144 hours, ion exchange to form H-ZSM-5, impregnating with Ni metal, and testing catalytic activity in the hydrolysis reaction of rice husk cellulose. SCBA silica yields 12.01%, predominantly amorphous phase as shown by XRD, a Si/Al ratio after dealumination of 3.662, and confirmed silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si) groups. ZSM-5 and hierarchical pore ZSM-5 have been successfully synthesized with crystallinities of 24.98% and 84.55%, Si/Al ratios of 29.88 and 25.08, hexagonal morphology and rough particles as characterized by SEM, and pore diameters of 5.66 nm for hierarchical pore ZSM-5. Ni impregnation on ZSM-5 and hierarchical pore ZSM-5 yields Si/Al ratios of 4.66 and 13.09, with Ni morphology not different from ZSM-5 and hierarchical pore ZSM-5, and pore diameters of 3.44 nm for Ni/H-ZSM-5 hierarchical pore. The optimum condition for catalytic testing in the hydrolysis reaction is 140 °C for 3 hours with a ratio of 3:5. The highest glucose concentration obtained using the Ni/H-ZSM-5 hierarchical pore catalyst is 70.47%.

**Keyword:** Silica SCBA, ZSM-5, impregnation, hydrolysis reaction.

**STUDI PENGARUH LOGAM NIKEL TERHADAP AKTIVITAS  
KATALITIK H-ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA *SUGARCANE*  
*BAGASSE ASH* PADA REAKSI HIDROLISIS SEKAM PADI**

Oleh

*Putri Ardila Buana*

**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 Skripsi** : **STUDI PENGARUH LOGAM NIKEL TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK H-ZSM-5 PORI HIRARKI BERBASIS SILIKA SUGARCANE BAGASSE ASH PADA REAKSI HIDROLISIS SEKAM PADI**

**Nama Mahasiswa** : *Putri Ardila Buana*

**Nomor Pokok Mahasiswa** : 2017011050

**Jurusan** : Kimia

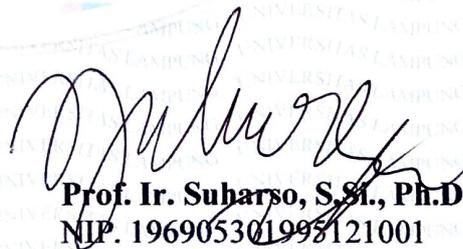
**Fakultas** : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**MENYETUJUI**

**1. Komisi Pembimbing**

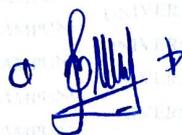


**Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si.**  
NIP. 197205302000032001



**Prof. Ir. Suharso, S.Si., Ph.D.**  
NIP. 196905301993121001

**2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA**



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

**MENGESAHKAN**

**1. Tim Penguji**

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



**Sekretaris : Prof. Ir. Suharso, S.Si., Ph.D.**



**Penguji Bukan pembimbing : Dr. Agung Abadi Kiswandono, S.Si., M.Sc.**



**2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



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

**Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 9 Agustus 2024**

## LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Putri Ardila Buana  
Nomor Pokok Mahasiswa : 2017011050  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya dan sesungguhnya, bahwa skripsi saya yang berjudul **“Studi Pengaruh Logam Nikel Terhadap Aktivitas Katalitik H-ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika *Sugarcane Bagasse Ash* Pada Reaksi Hidrolisis Sekam Padi”** adalah benar karya sendiri dan saya tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk digunakan sebagaimana semestinya.

Bandar Lampung, 12 Agustus 2024

menyatakan,



Putri Ardila Buana  
NPM. 2017011050

## RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Putri Ardila Buana, lahir di Kalianda pada tanggal 4 Maret 2003. Penulis merupakan anak tunggal dari Bapak Anasrulloh dan Ibu Kanti. Saat ini, penulis bertempat tinggal di Perumahan Mulya Asri 1 Blok. A2/05, Cikupa, Kabupaten Tangerang. Penulis telah menyelesaikan pendidikan mulai dari Taman Kanak-kanak di TK Islam Darunnisa pada tahun 2007-2008, pendidikan Sekolah Dasar di SDN Bojong IV pada tahun 2008-2014, pendidikan Sekolah Menengah Pertama di SMPN 2 Cikupa pada tahun 2014-2017, pendidikan Sekolah Menengah Atas di SMAN 1 Kabupaten Tangerang pada tahun 2017-2020, dan pada September 2020 hingga penulisan skripsi ini penulis melanjutkan pendidikan tinggi di program studi S1 Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN.

Selama masa perkuliahan, penulis juga aktif berorganisasi yang dimulai sebagai Staff Ahli Dinas Pemberdaya Wanita periode 2021-2022 di Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) FMIPA dan Anggota Bidang Sosial dan Masyarakat periode 2022-2023 di Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki). Selama berorganisasi di BEM FMIPA dan Himaki penulis banyak mengikuti kegiatan baik sebagai peserta maupun panitia, seperti Sekretaris Pelaksana *Inspiring Woman Talkshow* dan Sekretaris Pelaksana *Chemistry Care* di Desa Trimulyo, Kecamatan Tegineneng, Kabupaten Pesawaran, Lampung.

Penulis juga pernah mengikuti program Merdeka Belajar Kampus Merdeka (MBKM) Pertukaran Pelajar di Institut Pertanian Bogor (IPB) pada tahun 2022

dan MBKM Penelitian pada tahun 2023. Penulis juga telah melaksanakan kegiatan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Sukamakmur, Kecamatan Belalau, Kabupaten Lampung Barat, Lampung. Pada Juli-Agustus 2023, penulis telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dengan judul **“Pengujian Karakteristik Fisik Pada Sampel Biosolar (B35) dari SPBU Shell dan British Petroleum (BP) Puspiptek Serpong”** di Pusat Riset Teknologi Industri Proses dan Manufaktur, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Serpong, Kota Tangerang Selatan.

Penulis juga mengikuti Program Kreativitas Mahasiswa Riset-Eksakta (PKM-RE) dan didanai oleh Belmawa dengan judul **“Pemanfaatan *Green Catalyst* ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika SCBA Sebagai Konversi Selulosa Kulit Pisang Pada Produksi Bioenergi”** pada tahun 2023. Penulis berkesempatan untuk menjadi tutor dalam mata kuliah Kimia Koordinasi pada tahun 2023 dan Kimia Anorganik I pada tahun 2024. Kemudian, penulis juga pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar pada tahun 2023 untuk mahasiswa Biologi Terapan 2023 dan asisten praktikum Kimia Anorganik II pada tahun 2024 untuk mahasiswa Kimia 2021.

## MOTTO

“Dan bersabarlah, karena sesungguhnya Allah SWT tidak menyia-nyiakkan pahala orang yang berbuat kebaikan.”

(Q.S. Hud 11: 115)

“Keberhasilan bukanlah milik orang yang pintar. Keberhasilan adalah kepunyaan mereka yang senantiasa berusaha.”

(B.J. Habibie)

*“You can’t go back and change the beginning, but you can start where you are and change the ending.”*

(C.S. Lewis)

*“And like the moon, we must go through phases of emptiness to feel full again. The universe gives us a reminder of how beautiful endings can be when the sun sets and the moon rises.”*

(Taylor Ashley)

*“Never give up on a dream that you’ve been chasing almost of your life.”*

(Park Jimin)

## **PERSEMBAHAN**

*Alhamdulillahirobbil'alamin* dengan segala rasa syukur kepada Allah SWT. Atas limpahan rahmat dan karunia-Nya yang selalu menyertai setiap langkahku, sehingga terciptalah sebuah karya yang kupersembahkan sebagai wujud bakti dan tanggung jawabku kepada:

Kedua orang yang sangat berharga dalam hidupku,

***Ayah dan Ibuku tercinta***

yang senantiasa berjuang, berkorban, mendoakan, memotivasi, memberi dukungan, perhatian, kasih sayang tanpa henti, dan menjadi saksi perjuangan kecil ini hingga aku bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana. Semoga dengan karya kecil ini dapat memberikan sedikit rasa bangga di hati kalian.

***Ibu Dr. Mita Rihyanti, S.Si., M.Si.***

Terima kasih atas ilmu, saran, nasehat, motivasi, dan kesabaran dalam mendidik dan membimbingku selama masa ini.

***Bapak dan Ibu Dosen Kimia***

Atas segala bimbingan, pembelajaran, nasehat, dan ilmu yang diberikan.

***Seluruh sahabat dan rekan-rekan tersayang***

yang senantiasa selalu mendengarkan keluh kesahku, mendukung, menyemangati, dan memberi kebahagiaan serta keceriaan kepada penulis.

***Almamater Kebanggaanku,***

Universitas Lampung

## SANWACANA

Pertama-tama dengan mengucap rasa syukur *Alhamdulillahirabbil 'alamin* penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, karunia, dan kasih sayang-Nya yang tak pernah henti, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Studi Pengaruh Logam Nikel Terhadap Aktivitas Katalitik H-ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika *Sugarcane Bagasse Ash* Pada Reaksi Hidrolisis Sekam Padi**” ini sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa penyelesaian skripsi ini tidak lepas dari bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Teriring doa yang tulus, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orang tua terhebat sedunia yang sangat penulis cintai, Ayah Anasrulloh dan Ibu Kanti yang senantiasa selalu mendoakan penulis setiap waktu, memberikan cinta dan kasih sayang yang sebesar-besarnya, motivasi, dan dukungan dalam keadaan apapun. Terima kasih sudah membesarkan penulis dengan penuh kesabaran, ketulusan, keikhlasan, dan banyak pengorbanan untuk penulis, *love you more than anything*.
2. Keluarga besar penulis yang sudah memberikan doa dan dukungannya terhadap penulis dalam menyelesaikan skripsi. Serta terkhusus kepada Nenek, Alak Wati, Alak Bari, Pak Mukmin, Bang Has, dan pihak lainnya yang selalu mendukung dan memberikan semangat kepada penulis selama masa perkuliahan ini.
3. Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing I atas segala bimbingan, kebaikan, ilmu, kesabaran, nasehat, motivasi, dan dukungan

dengan penuh kesabaran dan keikhlasan tanpa lelah kepada penulis hingga penelitian dan penulisan skripsi ini bisa selesai. Semoga segala kebaikan ibu dibalas keberkahan dan senantiasa diberikan yang terbaik oleh Allah SWT.

4. Bapak Prof. Ir. Suharso, S.Si., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing II sekaligus Dosen Pembimbing Akademik atas ketersediaanya dalam memberikan nasehat, saran, serta bimbingan dan pembelajaran yang bermanfaat untuk penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan baik.
5. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, S.Si., M.Sc. atas segala saran dan kritik, ilmu, dan memberikan semangat kepada penulis untuk terus belajar. Terima kasih atas dukungan dan ilmu yang bermanfaat yang telah diberikan kepada penulis.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, serta Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu dosen yang telah memberikan motivasi dan ilmu yang bermanfaat kepada penulis selama masa perkuliahan ini. Semoga Allah SWT membalas dengan keberkahan dan senantiasa sehat selalu.
8. Mba Liza Apriyani, S.Si. selaku laboran yang senantiasa membantu penulis selama penelitian di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik. Terima kasih juga sudah selalu memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis.
9. Mba Yuni yang selalu membantu saat seminar dan sidang. Terima kasih juga sudah selalu mendoakan dan mendukung penulis selama masa penelitian ini. Semoga sehat selalu dan diberikan keberkahan oleh Allah SWT.
10. *Special for my dorothea*, Fida Hanan. Terima kasih sudah menjadi teman keluh kesah penulis sejak kecil. Terima kasih sudah mendengarkan, menanggapi, membantu, dan selalu memberikan dukungan kepada penulis. *I'm so lucky to have you*, semoga kuliahnya lancar terus dan segera mendapatkan gelar S.H. nya.
11. *My best friend*, Angkot Merah *Reborn*; Mela, Reva, dan Tya atas segala dukungan, motivasi, dan kebaikan kalian kepada penulis. Terima kasih sudah mendengarkan keluh kesah dan selalu kebersamai penulis sejak di bangku SMA, *love you so much guys!*

12. *My best partner at the end of college*, Amelia Mareta. Terima kasih sudah bersedia menemani penulis selama masa penelitian, selalu memberi semangat, motivasi, dan dukungan, serta selalu mendengarkan keluh kesah penulis. *No words can explain that i love you so much*, semoga sukses selalu. *See you on top*, mel!
13. Siti Salwa Khotijah atas waktunya yang selalu bersedia menemani penulis saat di laboratorium. Terima kasih sudah memberikan motivasi dan dukungan kepada penulis selama masa perkuliahan. Akhirnya kita bisa melewati penelitian ini ya wa! *Nice to know you*, semoga sukses selalu.
14. Intan Aldara atas doa, dukungan, saran, dan motivasi yang diberikan kepada penulis. Terima kasih sudah kebersamai penulis sampai di akhir perkuliahan ini, *see you on top*.
15. *My research partner*, Fransiska Valen, Arip Ramadani, dan Surya Ibrahim yang sudah bersedia menjadi *partner* penelitian penulis. Terima kasih atas bantuan, saran, motivasi, dan dukungannya selama masa penelitian.
16. Teman-teman seperantauan, FTIR; Yasmin, Geo, Najla, Muti, dan Dian. Terima kasih atas segala bentuk dukungan yang kalian berikan kepada penulis. Akhirnya kita bisa pulang ke rumah ya! *Nice to know you all*, jangan sombong ya kalau kita udah balik ke daerah masing-masing.
17. Teman-teman laprak; Ibnah, Sefi, Safitri, Valen, dan Anin atas kebersamaannya sejak maba. Terima kasih atas keceriaan, suka, dan duka selama masa perkuliahan ini. Semoga nanti kita bisa ketemu lagi ya, *love you and see you again guys*.
18. Teman-teman KKN; Meissy dan Nina atas segala kebaikan, motivasi, dan dukungan yang diberikan kepada penulis.
19. Kakak-kakak *senior*-ku di Mita's *research*; Kak Azizah, Kak Yusuf, Kak Nafisah, Kak Shilvi, dan Kak Yesica atas segala kebaikan, bantuan, saran, dukungan, dan motivasi untuk penulis.
20. Teman-teman penulis; Sylfia Aini, Nadira Meyza, Ahmad Sulaiman, M. Dwi Febriyanto, serta teman-teman Kimia Angkatan 2020 yang tidak dapat disebutkan satu persatu, terima kasih atas dukungan, motivasi, serta pengalaman yang diberikan kepada penulis.

21. Seseorang yang pernah bersama penulis, terima kasih untuk pelajaran yang sangat berharga yaitu patah hati yang diberikan pada saat proses penelitian ini dan telah menjadikan motivasi bagi penulis untuk membuktikan bahwa penulis akan menjadi pribadi yang lebih baik. Terima kasih telah menjadi bagian yang menyenangkan dan menyakitkan dari proses pendewasaan penulis. *I hope we never meet again.*
22. Seseorang yang hadir di akhir perkuliahan, terima kasih telah menjadi salah satu alasan penulis semangat untuk ke kampus setiap harinya. Terima kasih sudah menemani saat di laboratorium sampai malam, mendengarkan keluhan dan memberikan dukungan kepada penulis.
23. *Last but not least*, terima kasih untuk seorang anak perempuan yang sangat sulit dimengerti isi kepalanya yaitu diri saya sendiri. Terima kasih sudah bertahan sejauh ini, sudah mampu menyelesaikan perkuliahan dengan sangat baik, telah merayakan diri sendiri sampai di titik ini, walaupun terkadang mengalami putus asa ketika sesuatu hal yang diusahakan tidak sesuai dengan keinginan.

Terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam melalui masa perkuliahan dan penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu. Akhir kata, atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Allah SWT membalasnya dengan pahala yang berlipat ganda. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan, kesalahan, dan kekeliruan. Namun, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 13 Agustus 2024  
Penulis,

Putri Ardila Buana  
NPM 2017011050

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>iv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>v</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Tujuan Penelitian .....	4
1.3. Manfaat Penelitian .....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1. Silika Abu Ampas Tebu ( <i>Sugarcane Bagasse Ash/SCBA</i> ) .....	5
2.2. Zeolit .....	7
2.2.1. Zeolit Alam .....	9
2.2.2. Zeolit Sintetik .....	10
2.3. <i>Zeolite Socony Mobile-5</i> .....	10
2.4. Sintesis ZSM-5 .....	13
2.5. Sintesis Zeolit Pori Hirarki .....	15
2.6. Impregnasi Logam Ni.....	17
2.7. Katalis.....	18
2.8. Sekam Padi.....	19
2.9. Reaksi Hidrolisis.....	20
2.9.1. Selulosa.....	22
2.9.2. Glukosa.....	23
2.10. Instrumen Karakterisasi .....	24
2.10.1. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	24
2.10.2. <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> .....	25
2.10.3. <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> .....	26

2.10.4. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	27
2.10.5. <i>Brunauer-Emmet-Teller</i> (BET) .....	28
2.10.6. Spektrofotometer <i>UV-Vis</i> dan Metode DNS .....	31
<b>III. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>33</b>
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian .....	33
3.2. Bahan .....	33
3.3. Alat .....	34
3.4. Prosedur Penelitian .....	34
3.4.1. Ekstraksi Silika dari Ampas Tebu .....	34
3.4.2. Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi .....	35
3.4.3. Sintesis <i>Zeolite Socony Mobile-5</i> (ZSM-5) .....	35
3.4.4. Karakterisasi Zeolit Hasil Sintesis .....	38
3.4.5. Persiapan Katalis .....	39
3.4.6. Karakterisasi Ni/H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	40
3.4.7. Uji Aktivitas H-ZSM-5 .....	40
3.5. Diagram Alir Penelitian .....	44
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>45</b>
4.1. Ekstraksi Silika dari Abu Ampas Tebu (SCBA) .....	45
4.2. Karakterisasi Silika SCBA Hasil Ekstraksi .....	50
4.3. Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika SCBA .....	54
4.4. Karakterisasi ZSM-5 dan ZSM-5 Pori Hirarki .....	58
4.5. Persiapan Katalis .....	65
4.6. Karakterisasi Katalis Ni/H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	67
4.7. Uji Aktivitas Katalitik .....	72
4.8. Analisis Gula Pereduksi .....	79
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>82</b>
5.1. Simpulan .....	82
5.2. Saran .....	83
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>84</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>95</b>
1. Data Hasil Analisis dan Perhitungan Silika SCBA .....	96
2. Data Hasil Analisis dan Perhitungan ZSM-5 Hasil Sintesis .....	99

3. Data Hasil Ni/H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki.....	104
4. Data Hasil Analisis dan Perhitungan Glukosa .....	106

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Contoh dan modifikasi zeolit sintetik .....	10
2. Data zeolit tipe kerangka MFI dan ZSM-5.....	11
3. Hasil karakterisasi XRF silika SCBA .....	26
4. Komposisi molar pereaksi benih ZSM-5 .....	36
5. Perhitungan komposisi molar pereaksi benih ZSM-5.....	36
6. Komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika SCBA.....	37
7. Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika SCBA .....	37
8. Komponen senyawa silika SCBA .....	52
9. Komposisi senyawa dalam ZSM-5 hasil sintesis .....	61
10. Komposisi Ni/H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	67
11. Data sifat struktur Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki dan ZSM-5 Pori Hirarki.....	71
12. Penentuan Suhu Optimum Reaksi Hidrolisis .....	107
13. Penentuan Waku Optimum Reaksi Hidrolisis.....	107
14. Penentuan Rasio Jumlah Katalis : Selulosa.....	107
15. Analisis Gula Pereduksi Menggunakan Berbagai Katalis .....	107

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur silika <i>amorf</i> .....	5
2. (a) Ampas tebu; dan (b) Abu ampas tebu (SCBA) .....	6
3. Struktur tiga dimensi zeolit yang saling terhubung .....	7
4. Sisi aktif zeolit .....	8
5. (a) Struktur ZSM-5; dan (b) saluran ZSM-5 .....	12
6. (a) Teflon-autoklaf; dan (b) Skema bagian-bagian teflon-autoklaf .....	13
7. Prosedur sintesis ZSM-5 tanpa cetakan .....	14
8. Skema penggunaan pati sebagai green template .....	16
9. Sekam padi .....	20
10. Skema hidrolisis selulosa menjadi glukosa .....	21
11. Ikatan hidrogen dan penumpukan antar molekul selulosa .....	22
12. Struktur glukosa .....	23
13. Difraktogram standar ZSM-5 .....	24
14. Difraktogram ZSM-5 silika SCBA .....	25
15. Spektra FTIR silika SCBA .....	27
16. Morfologi SEM: (a) ZSM-5 dan (b) ZSM-5 dengan perlakuan alkali .....	28
17. Klasifikasi IUPAC isoterm fisisorpsi .....	30
18. N <sub>2</sub> adsorpsi-desorpsi ZSM-5 .....	31
19. Prinsip Spektrofotometer UV-Vis .....	32
20. Diagram alir penelitian .....	44
21. Preparasi ampas tebu: (a) sebelum pencucian; (b) setelah pencucian; dan (c) kering dan bersih .....	46
22. Abu ampas tebu (SCBA) .....	47
23. (a) Hasil ekstraksi SCBA; (b) Natrium silikat; (c) Hidrogel silika SCBA; dan (d) Padatan silika SCBA .....	49

24. Silika SCBA hasil dealuminasi .....	49
25. Difraktogram silika SCBA .....	51
26. Spektra FTIR silika SCBA .....	54
27. Benih ZSM-5 .....	55
28. Proses sintesis ZSM-5 berbasis silika SCBA: (a) homogenisasi prekursor; (b) setelah proses hidrotermal; dan (c) ZSM-5 hasil sintesis .....	57
29. Proses sintesis ZSM-5 pori hirarki: (a) homogenisasi prekursor; (b) homogenisasi bio-mesoporogen; (c) setelah proses hidrotermal; dan (d) ZSM-5 pori hirarki hasil sintesis .....	58
30. Difraktogram zeolit: (a) ZSM-5 standar; (b) ZSM-5 seed; (c) ZSM-5 hasil sintesis; dan (d) ZSM-5 pori hirarki .....	59
31. Morfologi ZSM-5: (a) ZSM-5 perbesaran 20.000x dan (b) ZSM-5 pori hirarki perbesaran 20.000x.....	62
32. Grafik Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> ZSM-5 Pori Hirarki .....	63
33. Distribusi ukuran pori ZSM-5 Pori Hirarki .....	64
34. Katalis: (a) H-ZSM-5 dan (b) H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	65
35. Hasil impregnasi: (a) Ni/H-ZSM-5 dan (b) Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	67
36. Morfologi kristal: (a) Ni/H-ZSM-5 perbesaran 10.000x dan (b) Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki perbesaran 20.000x.....	69
37. Grafik Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki.....	69
38. Distribusi ukuran pori Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	70
39. (a) Sekam padi halus; (b) proses delignifikasi; (c) setelah bleaching; dan (d) serbuk selulosa sekam padi.....	73
40. Analisis gula pereduksi: (a) hasil <i>mix-milling</i> ; (b) filtrat hasil hidrolisis; dan (c) filtrat hasil uji DNS.....	74
41. Penentuan suhu optimum hidrolisis selulosa sekam padi.....	75
42. Penentuan waktu optimum hidrolisis selulosa sekam padi .....	76
43. Penentuan rasio jumlah katalis:selulosa optimum .....	78
44. Penentuan gula pereduksi optimum dengan variasi jenis katalis .....	79
45. Hasil Analisis XRD Silika SCBA .....	96
46. Hasil XRF silika SCBA sebelum dealuminasi.....	97
47. Hasil XRF silika SCBA setelah dealuminasi .....	97
48. Hasil analisis FTIR silika SCBA.....	98
49. Hasil XRD Benih ZSM-5 .....	99
50. Hasil XRD ZSM-5 hasil sintesis .....	100

51. Hasil XRD ZSM-5 Pori Hirarki .....	100
52. Hasil XRF Benih ZSM-5 .....	102
53. Hasil XRF ZSM-5 hasil sintesis .....	102
54. Hasil XRF ZSM-5 Pori Hirarki .....	103
55. Data Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> ZSM-5 Pori Hirarki .....	103
56. Data Adsorpsi ZSM-5 Pori Hirarki .....	104
57. Hasil XRF Ni/H-ZSM-5 .....	104
58. Hasil XRF Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	105
59. Data Isoterm Adsorpsi-Desorpsi Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	105
60. Data Adsorpsi Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki .....	106
61. Grafik Kurva Standar Glukosa .....	106

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Konsumsi energi fosil di Indonesia semakin meningkat seiring dengan bertambahnya penduduk setiap tahunnya, sehingga terjadi penipisan cadangan energi fosil yang tersedia. Upaya transisi energi dari energi fosil ke energi baru dan terbarukan disarankan sebagai salah satu solusi dalam pemenuhan energi di masa mendatang (Alghaffar dkk., 2022). Dalam hal tersebut, biomassa memiliki potensi sebagai salah satu sumber energi utama di masa mendatang dikarenakan memiliki kelebihan sebagai sumber energi yang bersifat *renewable* sehingga dapat menyediakan sumber energi secara berkelanjutan (Parinduri dan Parinduri, 2020). Biomassa mempunyai banyak kandungan lignoselulosa yang di dalamnya terdapat kandungan selulosa yang berpotensi sebagai sumber energi alternatif. Hal itu dikarenakan, selulosa memiliki kandungan yang melimpah, biodegradabilitas, dan bersifat tidak beracun (Jamaluddin *et al.*, 2019).

Penelitian tentang konversi bahan-bahan lignoselulosa menjadi glukosa telah banyak dilakukan dalam dua dekade terakhir. Biomassa berselulosa dapat diperoleh dari limbah pertanian, perkebunan, kehutanan, padat kertas, dan beberapa limbah industri. Salah satu pemanfaatan biomassa limbah pertanian yaitu sekam padi yang memiliki kandungan selulosa sebesar 35% (Utomo dan Fadila, 2020). Meskipun demikian, Johar *et al.* (2012) melaporkan bahwa penghilangan kandungan hemiselulosa dan lignin dengan metode *bleaching* dapat meningkatkan kandungan selulosa menjadi 90-96%. Hal itu dibuktikan oleh Oliveira *et al.* (2017) yang berhasil mengekstraksi kandungan selulosa sekam padi sebesar 51,5% dan setelah dilakukan *bleaching* kandungan selulosa menjadi 93,1%. Dengan demikian, sekam padi berpotensi sebagai sumber utama selulosa.

Selulosa memiliki rumus molekul  $[C_6H_{10}O_5]_n$  dan terdiri dari unit  $\beta$ -D-glukopiranososa yang terikat bersama-sama oleh ikatan 1,4- $\beta$ -glikosida (Fatriasi dkk., 2019). Selulosa biasanya dijadikan sebagai bahan baku dalam energi atau bahan bakar dengan melalui reaksi hidrolisis, hal itu dikarenakan ikatannya yang mudah mengalami pemutusan dan membentuk monomer glukosa (Zhao *et al.*, 2015). Dalam prosesnya, reaksi hidrolisis membutuhkan katalis asam atau basa padat untuk menurunkan energi aktivasi reaksinya. Namun Zeng *and* Pan (2022) mengatakan bahwa penggunaan katalis asam-padat pada hidrolisis selulosa dapat juga mengalami dehidrasi glukosa menjadi 5-hidroksimetilfurfural dan produk samping lainnya, khususnya pada suhu tinggi. Oleh karena itu, sangat penting untuk mengembangkan katalis yang dapat mempengaruhi aktivitas dekomposisi selulosa dalam reaksi hidrolisis.

Penggunaan zeolit sebagai katalis padat-asam dalam proses hidrolisis selulosa sudah disarankan dalam beberapa tahun terakhir. *Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5) menjadi salah satu jenis zeolit yang paling banyak digunakan sebagai katalis dalam berbagai reaksi. Hal itu dikarenakan, ZSM-5 memiliki saluran pori pada strukturnya, memiliki banyak situs asam, stabilitas termal yang tinggi, sifat adsorpsi yang baik, selektivitas tinggi, serta memiliki aktivitas dalam konversi katalitik tertentu (Xiong *et al.*, 2021). ZSM-5 dapat dipreparasi dengan bahan-bahan sintesis ataupun yang berasal dari zeolit alam yang memiliki sumber silika dan alumina (Herizal, 2020). Pada penelitian Rilyanti dkk. (2020) telah berhasil mensintesis ZSM-5 yang berasal dari limbah abu ampas tebu (*Sugarcane Bagasse Ash/SCBA*). Dalam penelitiannya, ampas tebu yang diekstraksi menjadi abu memiliki kandungan silika amorf sebesar 85,55% dan alumina sebesar 12,16%. Hal inilah yang menjadikan silika abu ampas tebu berpotensi sebagai prekursor untuk sintesis ZSM-5 dikarenakan kandungan silikanya yang tinggi.

Sintesis ZSM-5 dapat dilakukan dengan metode hidrotermal dan prosesnya menggunakan *template* organik yang berfungsi sebagai agen pengarah strukturnya (Hartanto *et al.*, 2017). Penambahan *template* digunakan untuk memodifikasi struktur mikropori ZSM-5 yang menyebabkan keterbatasan saat terjadi difusi molekul reaktan sehingga menurunkan aktivitas katalis secara signifikan (Chen *et*

*al.*, 2018). Menurut Bu *et al.* (2018) untuk meningkatkan difusivitas molekul dan aktivitas katalitik dapat dilakukan dengan penambahan porositas yang lebih besar pada kerangka zeolit, sehingga dihasilkan zeolit pori hirarki. Hal itu dibuktikan pada penelitian Rilyanti *et al.* (2023) yang berhasil membandingkan ZSM-5 dengan dan tanpa penambahan pati yang menunjukkan bahwa ZSM-5 dengan penambahan pati sebagai *template* mesopori dapat menghasilkan konversi selulosa tertinggi sebesar 88,2%. Dengan demikian, pati dapat digunakan dalam sintesis ZSM-5 pori hirarki sebagai bio-mesoporogen untuk agen pengarah mesopori.

Pengembangan atau modifikasi katalis ZSM-5 hirarki telah banyak dilakukan dengan metode impregnasi logam nikel (Ni) sebagai spesies aktif. Impregnasi larutan logam  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ke dalam zeolit mampu menambahkan aktivitas zeolit sebagai katalis (Rahayu dkk., 2013). Menurut Youn *et al.* (2008) penambahan logam Ni dapat meningkatkan situs aktif asam pada zeolit sehingga keasamaan katalis akan bertambah. Hal ini didukung oleh penelitian Ding *et al.* (2020) yang memperoleh hasil bahwa penggabungan logam Ni ke ZSM-5 dapat mempromosikan konversi senyawa beroksigen dan nitrogen menjadi alifatik dan aromatik serta meningkatkan stabilitas hidrotermal ZSM-5. Sehubungan dengan itu, pada penelitian Li *et al.* (2020) menunjukkan bahwa katalis Ni/H-ZSM-5 mesopori memiliki kinerja yang sangat baik dalam anisol hidredeoksigenasi (HDO) dibanding katalis Ni/ZSM-5 konvensional. Dengan demikian, penambahan logam Ni pada ZSM-5 hirarki dapat meningkatkan aktivitas dan selektivitas secara signifikan dengan meningkatkan aksesibilitas keasaman.

Berdasarkan pemaparan tersebut, pada penelitian ini dilakukan ekstraksi silika dari abu ampas tebu (SCBA), sintesis ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki dengan penambahan pati sebagai bio-mesoporogen. Kemudian, dikarakterisasi silika hasil ekstraksi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki hasil sintesis, dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Brunauer-Emmet Teller* (BET). Persiapan katalis H-ZSM-5 dan H-ZSM-5 pori hirarki dengan

metode *ion exchange*, serta diberi penambahan logam Ni dengan metode impregnasi, lalu dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Brunauer-Emmet Teller* (BET). Setelah itu, diuji aktivitas katalitiknya pada reaksi hidrolisis sekam padi untuk menghasilkan glukosa dengan menggunakan reagen DNS untuk menganalisis gula pereduksi dan Spektrofotometer *UV-Vis* untuk menentukan konsentrasi glukosa hasil hidrolisis sekam padi.

## 1.2. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang yang telah dijabarkan, maka penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Memperoleh silika dari SCBA sebagai prekursor sintesis ZSM-5.
2. Memperoleh dan mempelajari karakteristik katalis H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5.
3. Memperoleh katalis H-ZSM-5 pori hirarki dan Ni/H-ZSM-5 pori hirarki menggunakan pati sebagai mesoporogen dan teknik impregnasi logam Ni.
4. Menguji aktivitas katalitik H-ZSM-5 pori hirarki dan Ni/H-ZSM-5 pori hirarki pada reaksi hidrolisis selulosa menjadi glukosa.

## 1.3. Manfaat Penelitian

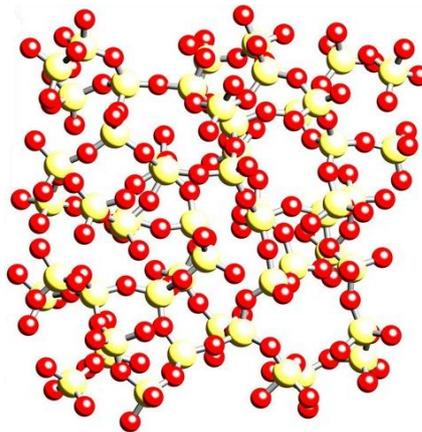
Berdasarkan latar belakang dan tujuan yang telah dijelaskan, maka manfaat dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memanfaatkan lebih lanjut limbah biomassa (SCBA) untuk menghasilkan silika sebagai prekursor sintesis zeolit.
2. Mempelajari dan memahami pengaruh pati sebagai bio-mesoporogen dan impregnasi logam Ni pada ZSM-5 sebagai katalis asam padat.
3. Memberikan informasi mengenai pemanfaatan biomassa sekam padi yang mengandung selulosa untuk dikonversi menjadi glukosa.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Silika Abu Ampas Tebu (*Sugarcane Bagasse Ash/SCBA*)

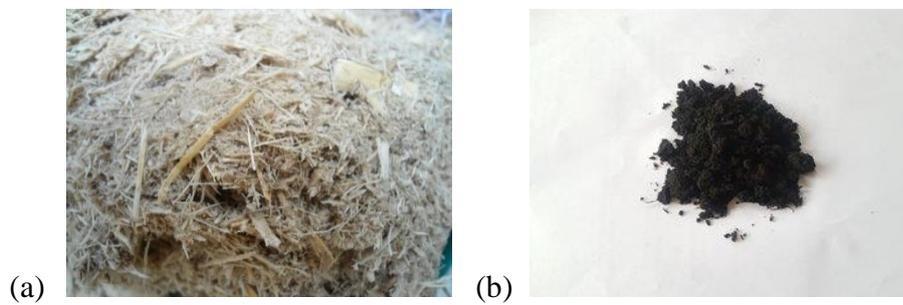
Silika ( $\text{SiO}_2$ ) merupakan senyawa oksida yang paling banyak ditemukan di alam, biasanya dalam bentuk amorf atau kristalin. Dalam berbagai kondisi, silika *amorf* dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin, serta memiliki struktur *sferikal* rumit yang disajikan pada Gambar 1. Struktur *sferikal* rumit tersebut mengakibatkan luas area yang tinggi yaitu di atas  $3 \text{ m}^2/\text{g}$  (Kirk *and* Othmer, 1984), sehingga silika *amorf* dapat dijadikan silika sol, silika gel, silika pirogenik, dan silika endapan. Selain itu, silika juga banyak dimanfaatkan untuk bahan katalis dalam produksi bahan mesopori dan bahan penyerap air karena sifatnya yang higroskopis (Sapei dkk., 2015).



**Gambar 1.** Struktur silika *amorf* (Lunt *et al.*, 2018)

Beberapa penelitian telah menemukan sumber silika yang berasal dari limbah pertanian. Silika yang terakumulasi dari tumbuhan memiliki bentuk *amorf*, sehingga dapat digunakan sebagai unsur utama katalis. Osman *and* Sapawe (2019)

melaporkan bahwa kandungan silika dalam abu ampas tebu yaitu sekitar 50-97% yang hampir setara dengan silika abu sekam padi, serta memiliki kandungan  $\text{SiO}_2$  cukup tinggi dibanding limbah pertanian lainnya. Umumnya, abu ampas tebu atau SCBA merupakan hasil pembakaran dari ampas tebu. Steven *et al.* (2021) melaporkan bahwa dalam proses pembakaran ampas tebu berlangsung pada pengapian (*grate*) dan ruang pembakaran (*furnance*). Faktor yang mempengaruhi komposisi kimiawi ampas tebu mencakup suhu pembakaran, waktu pembakaran, dan pasokan udara, dimana jika pembakaran tersebut tidak tuntas akan terkandung karbon di dalam ampas tebu (Chindaprasirt *and* Rattanasak, 2020). Ampas tebu dan abu ampas tebu disajikan pada Gambar 2.

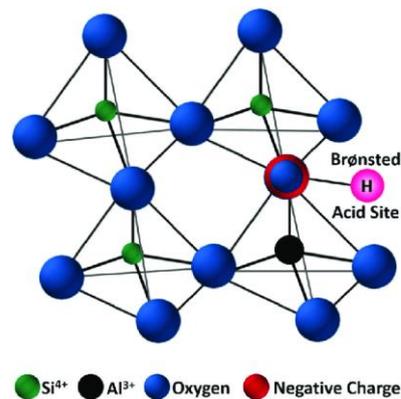


**Gambar 2.** (a) Ampas tebu; dan (b) Abu ampas tebu (SCBA) (Sumber : <https://en.wikipedia.org/wiki/Bagasse>)

Silika abu ampas tebu (*Sugarcane Bagasse Ash/SCBA*) dapat diperoleh melalui berbagai metode, salah satunya metode ekstraksi alkali dan pengendapan asam yang telah dilakukan oleh Chindaprasirt *and* Rattanasak (2020) dengan memperoleh kandungan silika SCBA sebesar 80%. Rilyanti dkk. (2020) juga telah berhasil mengekstraksi silika dari SCBA menggunakan metode alkali dan diperoleh kandungan  $\text{SiO}_2$  sebesar 85,55% dan alumina sebesar 12,16%. Sehubungan dengan itu, pada penelitian Farirai *et al.* (2021) diperoleh kandungan silika dari SCBA sebesar 98,92% melalui metode sol-gel dan kolom adsorpsi berisi karbon aktif. Berdasarkan hasil dari beberapa penelitian dapat disimpulkan kandungan silika dalam SCBA berpotensi besar untuk digunakan sebagai bahan baku ekstraksi silika dan dapat dijadikan sumber prekursor alternatif untuk sintesis silika gel (Chindaprasirt *and* Rattanasak, 2020).

## 2.2. Zeolit

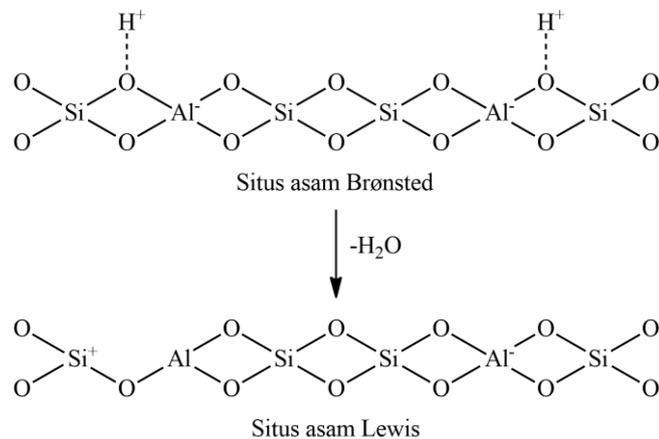
Zeolit merupakan mineral kristal aluminasilikat dengan distribusi mikropori yang teratur, serta mempunyai struktur kerangka tiga dimensi tertahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  (Kianfar, 2020). Zeolit memiliki rumus empiris yang dapat dituliskan sebagai berikut:  $\text{M}_2\text{nO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{SiO}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ , dimana M adalah kation alkali atau alkali tanah, n adalah valensi kation alkali atau alkali tanah, x dan y adalah bilangan tertentu (Anggoro, 2018). Biasanya, rasio  $y/a$  memiliki nilai berkisar 1 sampai 5, akan tetapi pada zeolit berbasis silika rasio  $y/a$  berkisar 10 sampai 100 (Mgbemere *et al.*, 2017). Secara umum, kerangka zeolit dibangun dari  $\text{TO}_4$  tetrahedral (dimana T, terkoordinasi secara tetrahedral Si dan Al) yang dihubungkan dengan atom O ke dalam kerangka tiga dimensi tetrahedral (Li and Yu, 2021), ditunjukkan dalam Gambar 3.



**Gambar 3.** Struktur tiga dimensi zeolit yang saling terhubung (Sudarsanam *et al.*, 2019).

Zeolit mempunyai dua jenis sifat keasaman, yaitu asam Brønsted sebagai donor proton dan asam Lewis sebagai akseptor proton, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Substitusi  $\text{Si}^{4+}$  oleh  $\text{Al}^{3+}$  dalam struktur kerangka tiga dimensi tetrahedral zeolit yaitu sebagai pendorong pembentukan situs asam Brønsted. Hal ini dikarenakan penggabungan  $\text{Al}^{3+}$  menghasilkan muatan negatif sehingga perlu dikompensasi oleh kation untuk menjaga keseimbangan muatan (Sudarsanam *et al.*, 2019). Jika kation tersubstitusi yaitu proton ( $\text{H}^+$ ) maka zeolit yang dihasilkan akan mengandung keasaman Brønsted yang kuat. Oleh karena itu, peningkatan

rasio Al/Si atau penurunan rasio Si/Al akan meningkatkan jumlah situs asam Brønsted dalam kerangka zeolit jika semua situs kation ditempati oleh proton (Hernando *et al.*, 2019). Dalam hal ini, zeolit akan mengikat kation-kation alkali atau alkali tanah seperti  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ , atau  $Sr^{2+}$  yang terletak di luar kerangka tetrahedral, dapat bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit, dan dapat dipertukarkan dengan kation-kation lain.



**Gambar 4.** Sisi aktif zeolit (Hassan *et al.*, 2020)

Berikut adalah beberapa sifat yang dimiliki oleh zeolit, di antaranya:

1. Adsorpsi, dalam hal ini zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan dimana pada keadaan normal mikropori zeolit terisi oleh molekul air yang bila dipanaskan pada suhu 300 – 400 °C maka air akan keluar.
2. Dehidrasi, yaitu jumlah molekul air sesuai dengan pori-pori kristal zeolit apabila dipanaskan. Dengan demikian, sifat ini berpengaruh terhadap sifat adsorpsi suatu zeolit.
3. Penukar ion, yaitu ion-ion pada kerangka elektrolit berguna dalam menjaga penetralan zeolit.
4. Katalis, kemampuan ini berkaitan dengan adanya situs-situs aktif (*active site*) dalam saluran antar zeolit.

(Anggoro, 2018).

Berdasarkan asal terbentuknya, zeolit dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu:

### 2.2.1. Zeolit Alam

Zeolit alam adalah mineral dengan jumlah yang banyak akan tetapi distribusinya tidak merata, seperti mordenit, chabazit, dan klinoptilotit (Rahmawati dan Prasetya, 2019). Zeolit alam terbentuk karena adanya proses pelapukan dan pengaruh fisika dan kimia yang kompleks dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam (Lestari, 2010). Zeolit alam memiliki kelemahan berupa kristalinitas kurang baik dan banyaknya pengotor seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{Fe}^{3+}$  yang menutupi pori sehingga dapat mengurangi aktivitas zeolit (Setiawan dkk., 2017). Oleh karena itu, untuk menghilangkan unsur pengotor dan meningkatkan sifat khusus zeolit perlu dilakukan proses aktivasi zeolit (Sentosa dkk., 2018).

Secara umum, terdapat dua proses aktivasi yang dapat dilakukan pada zeolit alam, yaitu aktivasi fisis dan aktivasi kimia. Aktivasi fisis dilakukan dengan pengecilan, pengayakan, dan pemanasan dengan suhu tinggi antara 200 – 400 °C selama beberapa jam (Kurniasari dkk., 2011). Aktivasi kimia dilakukan dengan beberapa tahapan di antaranya:

1. Pencucian dengan air demineral secara refluks untuk melarutkan impuritis garam anorganik dan kalsit.
2. Perlakuan dengan penambahan HCl, KCl, NaCl, dan sebagainya untuk membentuk unikation zeolit.

(Las dan Zamroni, 2002).

Aktivasi kimia dengan penambahan asam HCl dengan konsentrasi yang tinggi pada zeolit akan mengalami dealuminasi dan menyebabkan zeolit menjadi lebih bersifat hidrofobia (Sentosa dkk., 2018). Oleh karena itu dilakukan preparasi dengan perlakuan kimia  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang kemudian dikalsinasi pada suhu 450 – 500 °C (Las dan Zamroni, 2002). Sedangkan, aktivasi kimia dengan penambahan basa NaOH dengan pH yang tinggi dapat menurunkan rasio Si/Al. Akan tetapi, Jozefaciuk *and* Bowanko (2002) menyatakan bahwa dari kedua proses aktivasi kimia tersebut, zeolit yang dihasilkan dari aktivasi basa akan bersifat lebih polar dibandingkan dengan zeolit yang diaktivasi dengan asam.

### 2.2.2. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik merupakan zeolit rekayasa yang didasari oleh kombinasi komponen antara silika dan alumina yang dapat disintesis dengan metode seperti hidrotermal (Hu *et al.*, 2017), solvotermal (Xu *et al.*, 2007), dan sol-gel (Widayat *and Annisa*, 2017). Dalam kepentingan komersil, zeolit sintetik lebih sering digunakan dibanding zeolit alam. Hal itu dikarenakan zeolit sintetik memiliki ukuran pori yang seragam dan terdistribusi merata, menghasilkan selektivitas yang tinggi, dan mempunyai komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian tinggi (Fuadi dkk., 2011). Berikut adalah contoh dan modifikasi zeolit sintetik yang dirangkum dalam Tabel 1.

**Tabel 1.** Contoh dan modifikasi zeolit sintetik

Kelas Zeolit	Zeolit sintetik	Metode	Referensi
Silika rendah ( $\leq 2$ )	Analsim (ANA)	Hidrotermal	Zhang <i>et al.</i> (2017)
	Na-X dan Na-A		Hu <i>et al.</i> (2017)
	Klinoptilolit		Ambrozova <i>et al.</i> (2017)
Silika sedang (2-5)	Mordenit (MOR)	<i>Solid-State Crystallization</i>	Rilyanti dkk. (2020)
	ZSM-5 (MFI)	Sol-gel	Widayat <i>and Annisa</i> (2017)
Silika tinggi ( $> 5$ )	ZSM-5 pori	<i>Steam Assisted Crystallization</i>	Rilyanti <i>et al.</i> (2016)
	hirarki	<i>Dry Gel-SAC</i>	Jia <i>et al.</i> (2018)

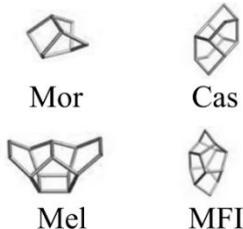
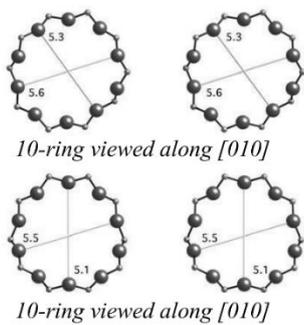
Berbagai penelitian saat ini telah mengembangkan metode untuk memodifikasi zeolit sintetik agar memperoleh karakteristik yang lebih unggul dalam pengaplikasiannya. Salah satu modifikasi karakteristik zeolit yaitu dengan cara membentuk pori hirarki (Kadja *et al.*, 2016) dan membentuk ukuran kristal zeolit pada skala nano (Salakhum *et al.*, 2018). Modifikasi tersebut bertujuan untuk meningkatkan difusivitas molekul, sehingga aktivitas katalitiknya lebih baik untuk aplikasi tertentu.

### 2.3. Zeolite Socony Mobile-5

*Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5) merupakan salah satu jenis zeolit yang paling banyak digunakan sebagai katalis dalam berbagai reaksi. Umumnya penggunaan

ZSM-5 dikarenakan struktur porinya yang unik dengan adanya lubang saluran pada permukaannya. ZSM-5 adalah jenis zeolit dengan saluran mikropori berukuran 5,1 – 5,6 Å pada strukturnya. ZSM-5 memiliki rasio Si/Al yang tinggi (5-100) dengan kerangka MFI (*mobile five instructure*) dan rumus molekul  $[Na_x (H_2O)_{16} Al_x Si_{96-n} O_{192}]$ , dimana  $x < 27$  (*Internasional Zeolite Assosiation/IZA*) (Nugroho, 2017). Julbe *and* Drobek (2016) mengatakan bahwa ZSM-5 terdiri dari unit  $[5^8]$  dengan simetri  $D2d$  yang dihubungkan untuk membentuk rantai pentasil yang terhubung melalui jembatan oksigen untuk membentuk lembaran sinusoidal dengan 10 cincin. Lembar rantai pentasil yang berdekatan dari ikatan oksigen tersebut membentuk kerangka tiga dimensi ( Xu *et al.*, 2007). Data zeolit tipe kerangka MFI dan ZSM-5 disajikan dalam Tabel 2.

**Tabel 2.** Data zeolit tipe kerangka MFI dan ZSM-5

Parameter	Nilai
Parameter sel	$a = 20,090 \text{ \AA}$ $b = 19,738 \text{ \AA}$ $c = 13,142 \text{ \AA}$ volume = $5211,3 \text{ \AA}^3$ $R_{DLS} = 0,0020$
Massa jenis kerangka	$18,4 \text{ T/1000 \AA}^3$
Ukuran cincin	10 6 5 4
Sistem cincin	Tiga dimensi (3D)
Unit pembangunan sekunder	5-1
Unit bangunan komposit	 Mor      Cas Mel      MFI
Rumus kimia ZSM-5	$[Na_x (H_2O)_{16} Al_x Si_{96-n} O_{192}] - \mathbf{MFI}$ , $n < 27$
Massa jenis kerangka ZSM-5	$17,9 \text{ T/1000 \AA}^3$
Tipe pori	$\{[100] \mathbf{10} \ 5,1 \times 5,5 \leftrightarrow [010] \mathbf{10} \ 5,3 \times 5,6\}^{***}$  <i>10-ring viewed along [010]</i> <i>10-ring viewed along [010]</i>

(Xu *et al.*, 2007).

Umumnya ZSM-5 memiliki dua saluran, yaitu saluran elips dan saluran sinusoidal dengan masing-masing pori berukuran  $5,3 : 5,6 \text{ \AA}$  dan  $5,1 : 5,5 \text{ \AA}$ . Sedangkan ZSM-5 dengan rasio Si/Al mendekati tak terhingga, saluran sinusoidal berbentuk silindris dan saluran kanan berbentuk elips. Pada penelitian Zoubida *and* Hichem (2018) dalam penyusunan unit pentasil memperoleh struktur mikropori yang terdiri dari dua saluran. Saluran tersebut berupa saluran-saluran lurus yang dihubungkan oleh saluran-saluran sinusoidal dalam zeolit MFI dan saluran pori elips dengan bentuk dan dimensi yang bervariasi sesuai dengan rasio Si/Al. Struktur dan saluran ZSM-5 dapat dilihat pada Gambar 5.

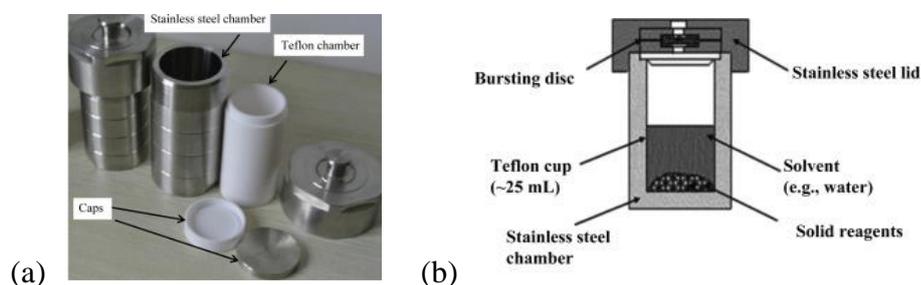


**Gambar 5.** (a) Struktur ZSM-5; dan (b) saluran ZSM-5 (Alotibi *et al.*, 2020)

ZSM-5 biasanya disintesis dengan kation  $\text{Na}^+$  sebagai *counter ion framework* bermuatan negatif. Selama modifikasi zeolit, ion  $\text{Na}^+$  dapat digantikan dengan kation lain yang dapat memasuki pori (Octaviani, 2012). Saluran dan pori ZSM-5 memiliki diameter yang seragam sehingga cocok untuk membentuk katalis yang selektif (Nishu *et al.*, 2020). Hal itu didukung oleh sifatnya yang memiliki banyak situs asam, stabilitas hidrotermal yang tinggi, sifat adsorpsi yang baik, selektivitas yang tinggi, dan memiliki aktivitas dalam proses katalitik tertentu (Xiong *et al.*, 2021). Sifat fisik dan kimia katalis H-ZSM-5 bergantung pada tiga faktor, di antaranya keasaman, ukuran kristal, dan morfologi kristal. Akan tetapi, Bai *et al.* (2019) mengatakan bahwa peningkatan keasaman pada ZSM-5 harus diperhatikan dalam meningkatkan pembentukan kokas pada permukaan katalis yang dapat menyebabkan deaktivasi katalis.

## 2.4. Sintesis ZSM-5

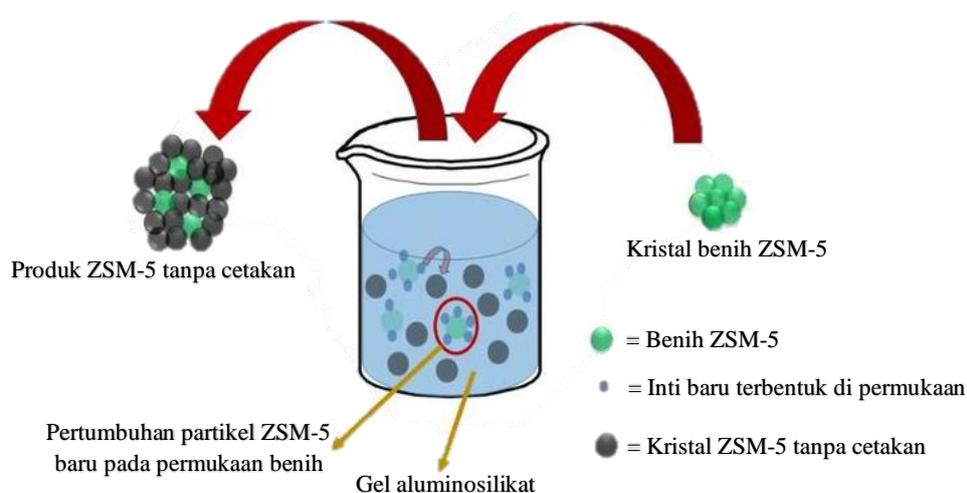
ZSM-5 disintesis secara hidrotermal dari prekursor silika, alumina, kation logam, dan *template* organik. Kemudian, kation logam dapat ditukar dengan kation lain yang dapat memasuki pori dalam modifikasi zeolit (Herizal, 2020). Metode hidrotermal merupakan metode sintesis kristal tunggal yang bergantung pada kelarutan mineral dalam air dengan suhu dan tekanan tinggi. Metode hidrotermal umumnya terjadi dalam pelarut air dengan kondisi suhu dan tekanan yang tinggi ( $>100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $>1\text{ bar}$ ). Reaksi ini dilakukan pada suhu tinggi ( $>100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) di dalam autoklaf yang berfungsi menjaga laju penguapan sama dengan laju kondensasi (Feng *and* Li, 2017). Alat autoklaf dapat dilihat pada Gambar 6. Umumnya, sintesis zeolit menggunakan metode hidrotermal dapat meningkatkan kemampuan efektivitas solvasi air, kelarutan reaktan dan peleburan dari gel primer yang terbentuk pada tahap awal, serta mengakibatkan peningkatan nukleasi dan laju kristalisasi (Yu, 2007).



**Gambar 6.** (a) Teflon-autoklaf; dan (b) Skema bagian-bagian teflon-autoklaf (Kafle, 2020).

Dalam sintesis zeolit biasanya *template* organik yang digunakan yaitu tetrapropilamonium dalam bentuk hidroksida (TPAOH), garam bromida (TPABr), atau campuran garam dan hidroksida sebagai agen pengarah struktur pori dan menstabilkan kerangka zeolit (Sari dan Agustin, 2014). Akan tetapi, penggunaan *template* organik tersebut memerlukan biaya yang mahal, sehingga pada penelitian Javdani *et al.* (2019) berhasil mengatasi hal tersebut dengan mensintesis zeolit menggunakan penambahan benih zeolit bersilika tinggi (*seed assisted*). Dalam penelitiannya, sintesis zeolit metode benih dengan

menambahkan kristal benih ke dalam campuran reaksi zeolit, sehingga memiliki pengaruh seperti pengurangan waktu sintesis, arah sintesis menuju fase yang diinginkan dengan pengotor yang lebih sedikit, dan ukuran partikel zeolit dapat dikendalikan. Dengan demikian, metode benih tidak hanya mengurangi penggunaan *template* organik tetapi dapat mengurangi biaya tambahan akibat dari proses kalsinasi dan polusi udara akibat gas buang yang dihasilkan dari pembakaran bahan organik. Sintesis zeolit dengan *seed assisted* tanpa cetakan dijelaskan pada Gambar 7.



**Gambar 7.** Prosedur sintesis ZSM-5 tanpa cetakan (Javdani *et al.*, 2019)

Sintesis zeolit dengan *seed assisted* berbeda dari proses lainnya, hal itu dikarenakan benih cenderung larut sehingga dapat terjadi nukleasi spontan dari fase kristal lainnya sebelum kristal zeolit target selesai disintesis (Iyoki *et al.*, 2014). Sintesis menggunakan benih ZSM-5 menjadi metode yang efektif untuk memperoleh ZSM-5 dengan mesopori intrakristal. Hal itu dibuktikan pada penelitian Hamidzadeh *et al.* (2018) bahwa sintesis ZSM-5 dengan *seed assisted* menghasilkan kristalinitas lebih tinggi dibanding ZSM-5 konvensional. Dengan demikian, penambahan benih dapat meningkatkan laju pertumbuhan kristal seiring dengan meningkatnya agregat ZSM-5. Selain itu, penambahan benih tidak mengubah secara signifikan keasaman di permukaannya apabila rasio situs asam dan TPAOH ditingkatkan.

## 2.5. Sintesis Zeolit Pori Hirarki

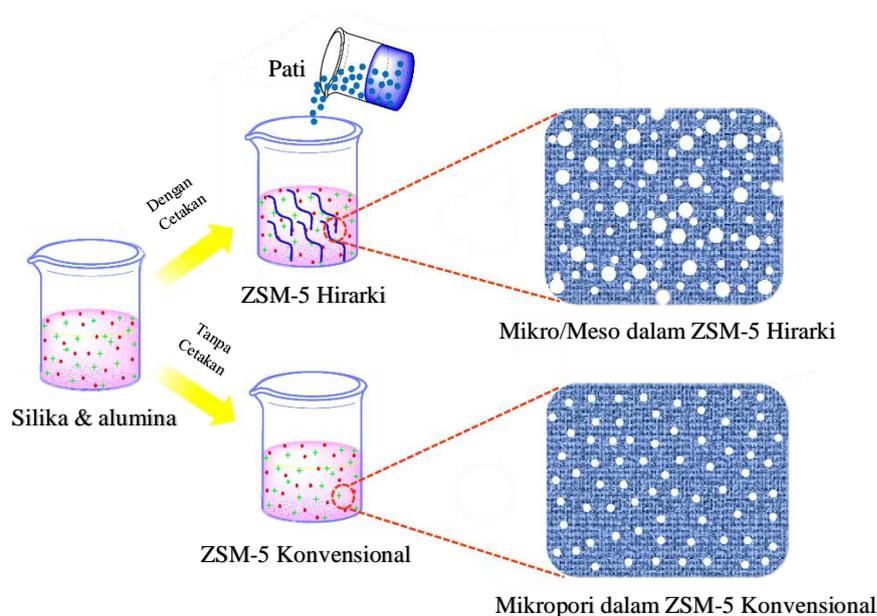
Zeolit pori hirarki mempunyai lebih dari satu jenis porositas, dengan tingkat porositas yang terbagi menjadi mikropori, mesopori, dan makropori. Awalnya, zeolit konvensional hanya memiliki mikroporositas yang dapat menghambat proses difusi molekul besar. Difusivitas molekul dapat ditingkatkan dengan cara penambahan porositas yang lebih besar pada kerangka zeolit (Bu *et al.*, 2018). Proses tersebut yang menghasilkan zeolit hirarki dengan difusivitas molekul dan aktivitas katalitik yang lebih baik dibandingkan dengan zeolit konvensional. Jia *et al.* (2021) melaporkan bahwa zeolit hirarki menunjukkan peningkatan kinerja katalitik dibanding zeolit konvensional, dimana sebagian besar peningkatan kinerja katalitik disebabkan oleh partisipasi senyawa besar yang dengan mudah berdifusi ke situs aktif di dalam jaringan zeolit tanpa adanya hambatan. Dengan demikian, metode sintesis memainkan peran penting dalam berbagai tingkat porositas hirarki.

Metode sintesis zeolit hirarki melewati dua jalur sintesis, yaitu *bottom up* yang meliputi cetak keras dan cetak lunak dengan *post-treatment* seperti dealuminasi dan desilikasi yang dikategorikan sebagai strategi *top down*. Akan tetapi *post-pretreatment* dari strategi *top down* dapat menghasilkan ukuran mesopori yang tidak seragam dengan rasio Si/Al yang berbeda dari zeolit awal (Jia *et al.*, 2019). Pendekatan dengan metode cetak telah dilakukan dalam sintesis zeolit pori hirarki menggunakan mesoporogen sebagai agen pengarah mesopori agar kristal yang tercetak memiliki porositas tambahan dengan ukuran meso atau makro. Secara umum, terdapat dua jenis metode cetak (*templating*), yaitu metode cetak keras (*hard templating*) dan metode cetak lunak (*soft templating*).

Metode cetakan keras (*hard templating*) dilakukan dengan menambahkan material dengan struktur yang relatif kaku sebagai cetakan mesopori atau makropori ke dalam gel induk zeolit selama proses kristalisasi. *Hard template* yang digunakan meliputi karbon *nanosized*, karbon *nanotube*, atau karbon mesopori. Pada penelitian Khoshbin *et al.* (2018) telah berhasil melakukan sintesis ZSM-5 hirarki menggunakan metode sonokimia dengan bantuan cetakan karbon *nanotube*.

Dalam penelitiannya, penggunaan karbon *nanotube* menciptakan adanya mesopori dalam struktur ZSM-5 dan uji aktivitas katalitiknya dapat mencapai stabilitas katalis yang tinggi. Akan tetapi, penggunaan *hard template* membutuhkan suhu kalsinasi yang tinggi dan bersifat hidrofobik sehingga sulit dipisahkan dari ZSM-5 (Kerstens *et al.*, 2020).

Metode cetakan lunak (*soft templating*) menggunakan kumpulan supramolekul, seperti polimer dan misel sebagai mesoporogen. Umumnya, penggunaan metode cetakan lunak dalam sintesis zeolit hirarki melalui dua metode, yaitu cetakan lunak primer dan cetakan lunak sekunder. Pada metode cetakan lunak primer dilakukan penambahan semua komponen pada awal sintesis pencampuran prekursor. Sedangkan metode cetakan lunak sekunder semua komponen ditambahkan di awal dan *template* ditambahkan sebelum sintesis hidrotermal. Metode ini memiliki kelebihan pada penggunaan prekursor anorganik yang dapat diganti dengan prekursor ramah lingkungan. Salah satu prekursor ramah lingkungan yang berpotensi sebagai bio-mesoporogen dalam sintesis zeolit hirarki adalah pati. Beberapa penelitian telah banyak melakukan sintesis zeolit hirarki dengan pati sebagai *green template*. Skema pembentukan pori menggunakan pati sebagai *green template* disajikan pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Skema penggunaan pati sebagai *green template* (Radoor and Unnikrishnan, 2019).

Kerstens *et al.* (2020) mengatakan bahwa penambahan pati sebanyak 10% dapat meningkatkan keasaman dan porositas yang baik dibandingkan dengan katalis zeolit tanpa penambahan pati. Hal itu dibuktikan pada penelitian Zhang *et al.* (2015) yang telah berhasil mensintesis ZSM-5 dengan mesopori intrakristal menggunakan pati terlarut sebagai *soft templating* dan terdapat mesopori intrakristal dengan ukuran pori > 10 nm berdasarkan hasil karakterisasi BET. Sehubungan dengan itu, pada penelitian Rilyanti *et al.* (2023) berhasil membandingkan ZSM-5 dengan dan tanpa penambahan pati yang menunjukkan bahwa ZSM-5 dengan penambahan pati sebagai *green template* dapat menghasilkan konversi selulosa tertinggi sebesar 88,2%. Dengan demikian, pati dapat digunakan sebagai prekursor ramah lingkungan (bio-mesoporogen) dalam sintesis zeolit hirarki sebagai agen pengarah pori.

## 2.6. Impregnasi Logam Ni

Dalam industri kimia biasanya jenis katalis yang digunakan adalah logam seperti nikel (Ni), kadmium (Cd), dan seng (Zn). Akan tetapi, penggunaan katalis logam dapat terjadi penggumpalan komponen aktif logam saat proses katalitik sehingga katalis logam perlu diimpregnasi ke dalam bahan pengemban seperti zeolit (Yuherrita dkk., 2021). Pemilihan zeolit sebagai bahan pengemban dikarenakan zeolit memiliki pori yang cukup besar dengan luas permukaan yang cukup tinggi (Yanti dkk., 2021). Sekarang ini, telah banyak penelitian memodifikasi zeolit menjadi logam-zeolit dengan metode impregnasi untuk meningkatkan jumlah situs asam total katalis yang akan menjadi salah satu penentu aktivitas katalis (Hassan *et al.*, 2020; Gorzin and Yaripour, 2019). Hal tersebut telah dikonfirmasi oleh Razzaq *et al.* (2019) bahwa penambahan logam dapat mengubah sisi asam dan sifat struktur, meningkatkan aktivitas katalitik, serta stabilitas termal katalis.

Metode impregnasi logam Ni sebagai spesies aktif telah banyak dikembangkan dalam beberapa tahun terakhir. Youn *et al.* (2008) mengatakan bahwa penambahan logam Ni dapat meningkatkan situs asam pada zeolit sehingga keasaman katalis akan bertambah. Umumnya, logam Ni digunakan pada proses

hidrogenasi maupun dehidrogenasi. Pada penelitian Ding *et al.* (2020) telah berhasil memperoleh penggabungan logam Ni ke ZSM-5 dapat mempromosikan konversi senyawa beroksigen dan nitrogen menjadi alifatik dan aromatik, serta meningkatkan stabilitas hidrotermal ZSM-5. Sehubungan dengan itu, Aini *et al.* (2020) juga telah membuktikan bahwa penambahan logam dapat meningkatkan aktivitas katalitik dengan memperoleh *biogas oil* dengan *yield* sebesar 82,7% menggunakan katalis Ni-Cu/H-ZSM-5. Oleh karena itu, efek aktivitas dehidrogenasi nikel dan kekuatan asam dari katalis dapat meningkatkan *yield*.

Penelitian lain, Li *et al.* (2020) menunjukkan bahwa katalis Ni/H-ZSM-5 hirarki memiliki kinerja yang sangat baik dalam anisol HDO (hidrodeoksigenasi) menjadi sikloheksana dibandingkan dengan katalis Ni/H-ZSM-5 konvensional. Dalam penelitiannya, aktivitas dan selektivitas meningkat secara signifikan dengan meningkatkan akseibilitas keasaman. Logam nikel memiliki stabilitas termal yang baik sehingga tidak mengalami dekomposisi atau oksidasi yang signifikan, Hal tersebut menjadikan katalis ZSM-5 dengan impregnasi logam Ni sangat cocok digunakan sebagai katalis asam (Aspromonte *et al.*, 2019). Namun pengembunan logam Ni yang terlalu banyak dapat penggumpalan sehingga akan terbentuk agregat, dimana agregat yang terbentuk dapat mempengaruhi jumlah situs aktif dari katalis sehingga akan berpengaruh pada *yield* produk (Dewi dkk., 2016).

## **2.7. Katalis**

Keberadaan katalis dapat menurunkan energi aktivasi sehingga laju reaksi dapat ditingkatkan. Namun dalam prosesnya, katalis tidak ikut bereaksi dan tidak mengalami perubahan kimia pada akhir reaksi (Setyaningsih dkk., 2017). Katalis mempunyai situs-situs aktif dari logam-logam yang terdeposit pada pengembunan atau dari pengembunan sendiri. Katalis memiliki sifat-sifat yang unik seperti aktivitas, stabilitas, selektivitas, dan regenerasi umur. Berdasarkan sifat uniknya, Othman (2019) menyimpulkan bahwa penggunaan katalis dapat meningkatkan selektivitas reaksi yang berpotensi menghindari reaksi samping yang tidak diinginkan. Adapun faktor-faktor yang mempengaruhi kemampuan katalis dalam

mempercepat laju reaksi, meliputi sifat fisik dan kimia, suhu, tekanan, laju alir, waktu, jenis umpan yang digunakan, dan jenis padatan pendukung (Lestari, 2012).

Berdasarkan fasanya, katalis dibedakan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang fasanya sama dengan reaktan. Katalis ini berlaku untuk reaksi dalam fasa gas atau sebagian besar dalam fasa cair, namun ada juga beberapa reaksi yang berlangsung dalam fasa padat (Kakaei *et al.*, 2019). Biasanya katalis jenis ini menggunakan katalis asam seperti HCl, HNO<sub>3</sub>, dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Kelebihan dari penggunaan katalis homogen yaitu proses reaksinya lebih cepat dan hasil konversi yang dihasilkan lebih besar dibanding katalis heterogen. Namun, katalis homogen juga memiliki kelemahan seperti campuran sulit dipisahkan dan mudah terurai pada temperatur tinggi (Praputri dkk., 2018).

Katalis heterogen merupakan katalis yang fasanya berbeda dengan reaktannya. Katalis ini dapat berupa padatan, cairan yang tidak bercampur, ataupun gas). Biasanya katalis jenis ini menggunakan logam oksida atau zeolit seperti ZnO, NiO, zeolit mordenit, ZSM-5, dan sebagainya. Katalis heterogen mempunyai aktivitas dan selektivitas yang tinggi dan campuran dapat dipisahkan dengan cara penyaringan (Praputri dkk., 2018). Namun katalis heterogen juga memiliki kelemahan pada kejenuhan katalis tetapi masih dapat diatasi dengan melakukan regenerasi (Purnami dkk., 2015).

## **2.8. Sekam Padi**

Sekam padi merupakan limbah hasil proses penggilingan padi yang dikategorikan sebagai biomassa yang dapat digunakan untuk berbagai kebutuhan seperti sumber energi atau bahan bakar (Hasran dkk., 2021). Sekam padi memiliki karakteristik fisik berwarna kuning keemasan seperti pada Gambar 9. Sebenarnya sekam padi dapat dijadikan salah satu sumber energi biomassa, namun masih banyak yang menanggapi sekam padi sebagai limbah yang dapat menyebabkan polutan. Saat ini, sudah banyak pemanfaatan sekam padi yang telah dilakukan, seperti bahan

baku dalam bidang agro industri, pembuatan arang aktif, dan batu baterai. Selain itu, beberapa penelitian juga memanfaatkan sekam padi sebagai substrat untuk menghasilkan enzim dan sumber karbon.



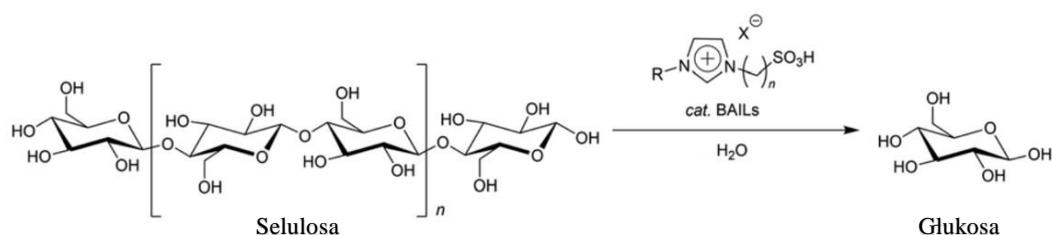
**Gambar 9.** Sekam padi (Sumber: [https://en.wikipedia.org/wiki/Rice\\_hulls](https://en.wikipedia.org/wiki/Rice_hulls)).

Menurut Utomo dan Fadila (2020), sekam padi mengandung 35% selulosa, 25% hemiselulosa, dan 20% lignin. Kandungan selulosa dapat ditingkatkan menjadi 90-96% dengan menghilangkan hemiselulosa dan lignin menggunakan metode *bleaching* (Johar *et al.*, 2012). Hal itu dibuktikan dalam penelitiannya yang berhasil menurunkan kadar hemiselulosa dan lignin dengan kadar selulosa sebesar  $\pm 96\%$  dengan perlakuan *bleaching*. Sehubungan dengan itu, pada penelitian Oliveira *et al.* (2017) telah berhasil mengekstraksi kandungan selulosa sekam padi sebesar 51,5% dan setelah dilakukan *bleaching* kandungan selulosa menjadi 93,1%. Berdasarkan hal tersebut, sekam padi berpotensi sebagai sumber selulosa dalam konversi menjadi glukosa.

## 2.9. Reaksi Hidrolisis

Reaksi hidrolisis termasuk ke dalam reaksi endoterm (memerlukan kalor) antara air dengan suatu zat lain yang menghasilkan suatu zat baru atau lebih yang menyebabkan suatu larutan terdekomposisi dengan menggunakan air. Reaksi hidrolisis bertujuan untuk mengkonversi polisakarida menjadi beberapa monomer yang lebih sederhana. Dalam reaksinya, molekul air ( $H_2O$ ) dapat memecah molekul menjadi dua bagian. Dua bagian tersebut berupa ion hidrogen ( $H^+$ ) dan ion hidroksil ( $OH^-$ ). Umumnya, reaksi hidrolisis ditingkatkan oleh asam dan basa

dengan tiga mekanisme reaksi yang meliputi hidrolisis netral, asam, dan basa (Sudalyandi *and* Jeyakumar, 2022). Praputri dkk. (2018) mengatakan bahwa proses hidrolisis dipengaruhi oleh beberapa parameter antara lain waktu reaksi, suhu reaksi, pencampuran pereaksi, dan konsentrasi asam (katalis). Skema reaksi hidrolisis selulosa ditunjukkan pada Gambar 10.



**Gambar 10.** Skema hidrolisis selulosa menjadi glukosa (Suzuki *et al.*, 2018)

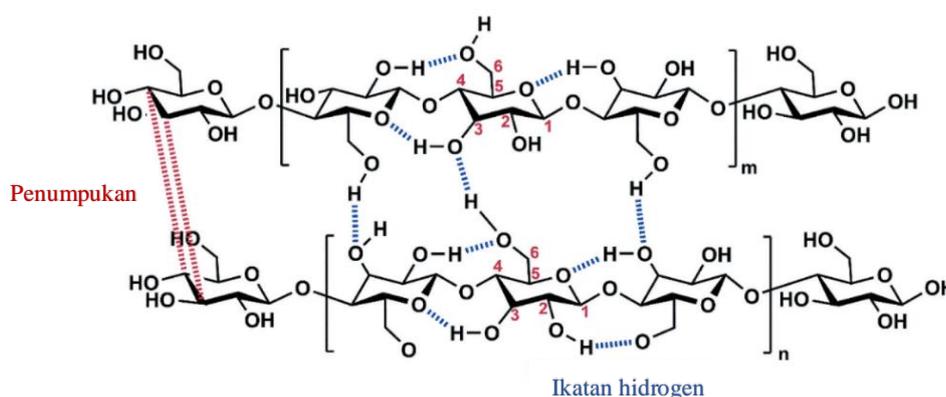
Umumnya, proses hidrolisis menggunakan enzim dan katalis homogen asam untuk menghasilkan glukosa dianggap cukup efektif karena dapat menembus ke dalam matriks selulosa yang heterogen. Hidrolisis secara enzimatik tidak terjadi degradasi gula hasil hidrolisis, berlangsung pada suhu rendah, dan memberikan hasil lebih tinggi dengan hasil pada konsentrasi enzim selulase 1% selama 24 jam. Namun pada katalis enzim memerlukan waktu reaksi yang terlalu lama, biaya yang tinggi, serta terhambat oleh keberadaan komponen dalam biomassa yang cukup sulit terurai. Sedangkan katalis asam memiliki sifat yang korosif, menyisakan limbah cair yang tidak bersifat *biodegradable*, dan banyak membentuk produk samping seperti furfural (Kang *et al.*, 2018).

Intaramas *et al.* (2018) melakukan hidrolisis selulosa yang dikatalisis oleh katalis asam padat melalui metode *solid state mixed-milling* dan *thermo-hydrolysis* untuk meningkatkan efisiensi produksi glukosa. Dalam penelitiannya menunjukkan bahwa penggunaan metode tersebut memberikan hasil tertinggi konversi pati 93,72% sesuai dengan hasil glukosa 37,45% dan selektivitas 83%. Hal tersebut menunjukkan bahwa katalis heterogen berpotensi dan dapat dikembangkan karena memiliki karakteristik yang mampu memperbaiki kekurangan senyawa asam cair maupun enzim sehingga menghasilkan reaksi yang lebih efektif, dapat digunakan kembali, mudah dipisahkan dari produk, dan bersifat ramah lingkungan.

### 2.9.1. Selulosa

Selulosa adalah penyusun utama dinding sel tumbuhan yang dapat diekstraksi dari berbagai sumber biomassa, seperti sekam padi, kulit pisang, jerami, ampas tebu, dan sebagainya (Nasir *et al.*, 2017). Kandungan selulosa dalam setiap biomassa dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang. Konversi selulosa dari biomassa menjadi biofuel seperti etanol selulosa sedang dikembangkan sebagai sumber bahan bakar yang bersifat *renewable*. Zeng and Pan (2022) mengatakan bahwa kemudahan konversi selulosa menjadi glukosa menjadikan selulosa sebagai bahan baku yang menjanjikan dalam reaksi hidrolisis untuk menghasilkan glukosa.

Selulosa memiliki rumus molekul  $(C_6H_{10}O_5)_n$  yang tersusun dari rantai linier yang dihubungkan oleh ikatan  $\beta$ -1,4-glikosidik. Selulosa mempunyai sifat kristalin yang diciptakan oleh ikatan hidrogen yang kuat antara gugus hidroksil ekuator dan penumpukan aksial antar molekul selulosa seperti pada Gambar 11, yang membuat selulosa tidak larut dalam air dan sebagian besar pelarut organik. Selulosa tersusun dari rantai lurus selobiosa yang merupakan unit keterulangan dalam molekul selulosa sebanyak dua unit gula (D-glukosa) yang terhubung melalui ikatan hidrogen dan gaya *van der Waals*.



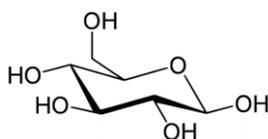
**Gambar 11.** Ikatan hidrogen dan penumpukan antar molekul selulosa (Zeng and Pan, 2022).

Selulosa juga terdapat daerah nonkristalin atau amorf dari terbentuknya rantai struktur yang tidak tersusun secara teratur (Aspromonte *et al.*, 2019). Selain itu, interaksi *van der Waals* dan ikatan hidrogen yang terjadi pada intramolekul dan

intermolekul menyebabkan selulosa stabil secara kimia, memiliki struktur yang kaku, serta tidak larut dalam pelarut air ataupun non-organik, sehingga *pre-treatment* pada selulosa memainkan peranan yang penting pada keberhasilan konversi selulosa.

### 2.9.2. Glukosa

Glukosa adalah aldehida polihidroksi lima karbon dan satu oksigennya membentuk cincin piranosa yang merupakan bentuk paling stabil untuk aldose berkarbon enam. Menurut Intaramas *et al.* (2018) di dalam cincin piranosa tiap karbon terikat pada gugus samping hidroksil dan hidrogen kecuali atom kelimanya dan yang terikat pada atom karbon keenam di luar cincin membentuk suatu gugus  $\text{CH}_2\text{OH}$ . Glukosa dapat diproduksi dari selulosa dengan memutuskan ikatan  $\beta$ -1,4-glikosidik antara unit glukosa melalui proses hidrolisis yang dikatalisis oleh asam atau enzim (Zeng and Pan, 2022). Glukosa termasuk ke dalam gula sederhana (monosakarida) dengan rumus molekul  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$  dan mengandung gugus  $-\text{CHO}$  sehingga glukosa merupakan kelompok aldosa (Anggraeni dan Addarajah, 2013). Struktur glukosa dapat dilihat pada Gambar 12.



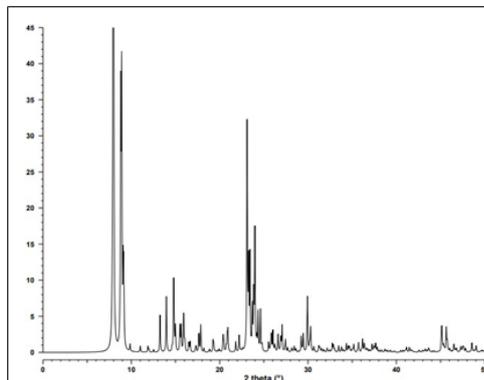
**Gambar 12.** Struktur glukosa (Zeng and Pan, 2022).

Umumnya, glukosa dapat ditemukan dalam berbagai jenis buah-buahan dan sayuran, serta komersil sebagai zat aditif dalam pengolahan makanan dan minuman. Selain digunakan sebagai sumber energi bahan bakar, glukosa juga berfungsi sebagai prekursor untuk sintesis karbohidrat lainnya, seperti glikogen, galaktosa, ribosa, dan deoksi ribosa. Namun dalam bidang *biorefinery* transformasi selektif selulosa menjadi glukosa telah menarik banyak perhatian. Hal itu disebabkan karena glukosa adalah *starting material* yang dapat dikonversi menjadi bahan bakar seperti bioetanol, biogas, maupun bahan kimia berkualitas tinggi seperti 5-HMF dan asam levulinat (Sivamani and Baskar, 2018).

## 2.10. Instrumen Karakterisasi

### 2.10.1. X-Ray Diffraction (XRD)

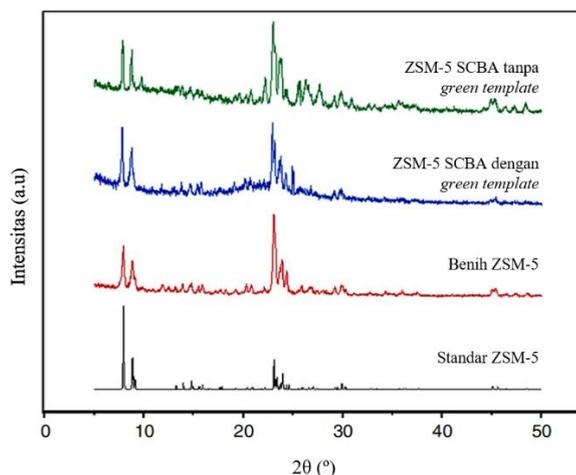
X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal, termasuk susunan atom, ukuran kristal, dan ketidaksempurnanya (Wang, 2016). Karakterisasi ini didasarkan pada interferensi konstruktif sinar-X monokromatik dan sampel kristal. Sinar-X ini dihasilkan oleh tabung sinar katoda dengan memanaskan filamen untuk menghasilkan elektron dan ketika elektron memiliki energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron sub-kulit dalam dari sampel, spektrum sinar-X karakteristik dihasilkan (Bunaciu *et al.*, 2015). Menurut *International Zeolite Association (IZA)*, ZSM-5 mempunyai difraktogram standar yang digunakan sebagai acuan atau baku. ZSM-5 memiliki puncak karakteristik pada  $2\theta$  yang dijadikan sebagai acuan yaitu  $7,96^\circ$ ;  $8,86^\circ$ ;  $9,08^\circ$ ;  $23,16^\circ$ ; dan  $23,98^\circ$  dengan difraktogram yang dapat dilihat pada Gambar 13.



**Gambar 13.** Difraktogram standar ZSM-5 (Sumber: <http://izasc-mirror.la.asu.edu/fmi/xsl/IZA-SC>).

Pada penelitian Rilyanti *et al.* (2023) telah berhasil melakukan sintesis ZSM-5 dengan dan tanpa *green template* dengan difraktogram yang disajikan pada Gambar 14. Dalam analisis tersebut, intensitas yang diperoleh pada karakterisasi XRD menunjukkan kristal ZSM-5 yang terbentuk memiliki kristalinitas tinggi pada  $2\theta$  yang serupa dengan standar ZSM-5 menurut IZA. Kristalinitas yang

tinggi ditunjukkan pada difraktogram XRD keduanya mempunyai ketajaman puncak yang baik dan garis dasar yang cukup datar.



**Gambar 14.** Difraktogram ZSM-5 silika SCBA (Rilyanti *et al.*, 2023).

Namun demikian, setiap senyawa struktur kristal memiliki difraktogram yang identik, oleh sebab itu pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa. Jadi dengan membandingkan difraktogram senyawa hasil sintesis yang tidak diketahui dengan difraktogram standar dalam IZA dapat ditentukan senyawa yang tidak diketahui tersebut.

### 2.10.2. X-Ray Fluorescence (XRF)

*X-Ray Fluorescence* (XRF) adalah teknik analisis unsur yang memberikan informasi tentang komposisi kimia unsur penyusun suatu bahan atau material. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan kuantitatif untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Analisis XRF menghasilkan jenis-jenis unsur melalui pengukuran fluoresensi sinar-X sekunder yang dipancarkan oleh sampel ketika dieksitasi oleh sumber sinar-X primer. Hasil dari analisis XRF berupa spektrum hubungan antara energi eksitasi dan intensitas sinar-X, dimana energi eksitasi menunjukkan unsur penyusun sampel dan intensitas menunjukkan nilai kuantitatif dari unsur tersebut.

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Farirai *et al.* (2021) telah memperoleh hasil analisis XRF seperti pada Tabel 3 dengan mengekstraksi silika SCBA menggunakan metode sol-gel digabungkan dengan kolom adsorpsi karbon aktif sehingga diperoleh silika dengan kemurnian yang tinggi.

**Tabel 3.** Hasil karakterisasi XRF silika SCBA

Komposisi	Bahan baku SCBA	Hasil silika tanpa adsorpsi (%)	Hasil silika dengan adsorpsi (%)
SiO <sub>2</sub>	71,49	48,72	98,92
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,20	0,49	0,03
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,00	0,03	0,01
MnO	3,30	-	-
MgO	1,79	0,02	-
CaO	4,79	0,44	0,02
Na <sub>2</sub> O	4,61	16,50	0,25
K <sub>2</sub> O	0,11	0,31	0,05
TiO <sub>2</sub>	0,80	0,02	-
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,14	0,10	0,01
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	0,02	-
NiO	0,61	-	-
LOI	0,31	21,64	0,71

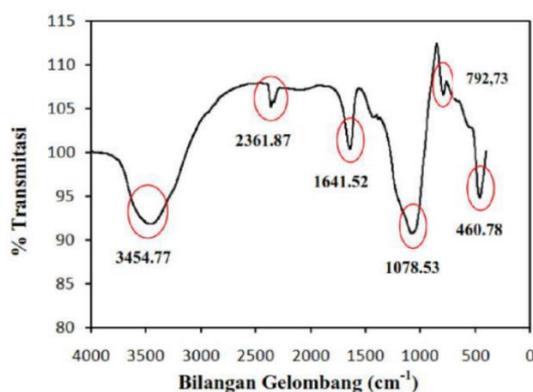
(Farirai *et al.*, 2021).

### 2.10.3. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

*Fourier Transform Infra Red (FTIR)* adalah salah satu jenis teknik analisis yang sangat penting untuk menganalisis material pada permukaan substrat. Analisis ini dapat digunakan untuk mengkarakterisasi sampel dalam bentuk cairan, larutan, bubuk, serat, film, pasta, dan gas. Dalam analisis FTIR, sampel dikenai radiasi infra merah (IR) yang kemudian berdampak pada vibrasi atom suatu molekul dalam sampel, sehingga mengakibatkan penyerapan atau transmisi energi tertentu (Nandiyanto *et al.*, 2019). Menurut Adebisi *et al.* (2019), pembagian daerah panjang gelombang sinar IR terbagi dalam daerah IR dekat (14290 – 4000 cm<sup>-1</sup>), IR jauh (700 – 200 cm<sup>-1</sup>), dan IR tengah (4000 – 666 cm<sup>-1</sup>).

FTIR berprinsip mengenali gugus fungsi suatu senyawa berdasarkan absorbansi inframerah terhadap senyawa yang dianalisis. Pola absorbansi tersebut diserap oleh masing-masing senyawa yang berbeda, sehingga senyawa dapat dibedakan

dan dikuantifikasikan. Pada penelitian, karakterisasi FTIR digunakan untuk menentukan jenis ikatan kimia dan gugus fungsi suatu senyawa. Dalam penelitian Rilyanti dkk. (2020) telah berhasil mengekstraksi silika dari abu ampas tebu dan didapatkan pola FTIR yang dapat dilihat pada Gambar 15.



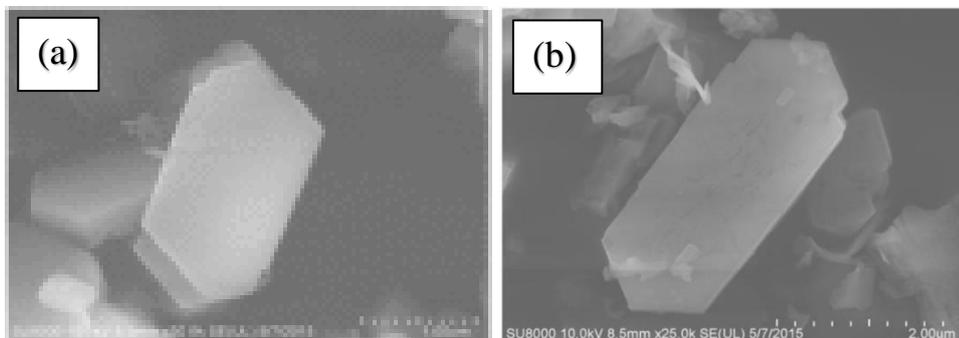
**Gambar 15.** Spektra FTIR silika SCBA (Rilyanti dkk., 2020).

Berdasarkan pola yang dihasilkan pada Gambar 15, silika SCBA di atas mengkonfirmasi adanya gugus silanol (Si-OH) pada bilangan gelombang 3454,77 cm<sup>-1</sup> dan silokan (Si-O-Si) pada bilangan gelombang 1641,52 – 1100 cm<sup>-1</sup>, sedangkan pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang 792,73 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi simetris –OSi–O dan –OAl–O serta vibrasi tekuk dari O–Si–O yang ditunjukkan pada bilangan gelombang 460,78 cm<sup>-1</sup>.

#### 2.10.4. Scanning Electron Microscopy (SEM)

*Scanning Electron Microscopy* adalah alat karakterisasi yang digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan kristal. Dalam hal ini, SEM dapat mengamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan, dengan hasil karakterisasi yang dapat dilihat langsung dalam bentuk gambar atau foto tiga dimensi. Selain itu, SEM juga dapat digunakan untuk menganalisis susunan serbuk dan mendeteksi retakan pada permukaan sampel. Dalam penelitian Meng *et al.* (2019) telah mempelajari proses difusi dan kemampuan katalitik ZSM-5 pori hirarki sebagai adsorben untuk mengkonversi massa benzena. Morfologi SEM yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 16 yaitu berbentuk persegi panjang

atau heksagonal dengan perlakuan peningkatan konsentrasi NaOH, dimana ZSM-5 tetap dapat mempertahankan struktur morfologi mesopori kristalnya.



**Gambar 16.** Morfologi SEM: (a) ZSM-5 dan (b) ZSM-5 dengan perlakuan alkali (Meng *et al.*, 2019).

SEM memiliki prinsip kerja yang mirip dengan mikroskop optik, namun menggunakan perangkat yang berbeda. Pertama, berkas elektron disejajarkan dan difokuskan menggunakan magnet khusus yang berfungsi sebagai lensa. Energi elektron biasanya 100 kV, menghasilkan panjang gelombang sekitar 0,04 nm. Spesimen harus sangat tipis agar berkas elektron tidak terlalu banyak diperlambat atau dihamburkan dan bayangan akan diproyeksikan ke layar pendar atau film. SEM memiliki kelebihan berupa material atau sampel dapat dikarakterisasi tanpa persiapan khusus, sehingga sampel tebal (*bulk*) dapat dianalisis.

#### 2.10.5. *Brunauer-Emmet-Teller* (BET)

Zeolit sebagai katalis ditentukan dari luas permukaan spesifiknya, dikarenakan pada luas permukaan spesifik dapat menentukan jumlah situs asam aktif yang berkaitan dengan aktivitas katalis ZSM-5. Biasanya luas permukaan zat padat diprediksi dengan menerapkan teori *Brunauer-Emmet-Teller* (BET), dimana luas permukaan diperoleh dari isoterm adsorpsi gas pada titik didih suatu gas. Teori BET menjelaskan bahwa energi diserap melalui induksi dipol ke dalam gas non-polar, sehingga terjadi pembentukan ikatan antara lapisan yang teradsorpsi. Jika volume gas yang dapat diserap oleh permukaan padat pada suhu dan tekanan tertentu diketahui, maka secara teoritis luas permukaan total padatan tersebut

dapat dihitung. Luas permukaan mengacu pada jumlah pori per satuan luas dari sampel, sedangkan luas permukaan spesifik adalah luas permukaan per satuan gram.

Pengukuran luas permukaan dengan metode BET berdasarkan pada Persamaan 1 dan luas permukaan spesifik ditentukan dengan menggunakan Persamaan 2.

$$St = \frac{(W_m \times N \times acs)}{M} \quad (1)$$

Keterangan:

St = Luas permukaan total (m<sup>2</sup>)

W<sub>m</sub> = Berat gas nitrogen (gram)

M = Berat molekul dari gas nitrogen (g/mol)

N = Bilangan Avogadro (6,023 x 10<sup>23</sup> molekul/mol)

acs = Luas molekul *cross sectional* gas nitrogen (16,2 Å)

$$S = \frac{St}{bc} \quad (2)$$

Keterangan:

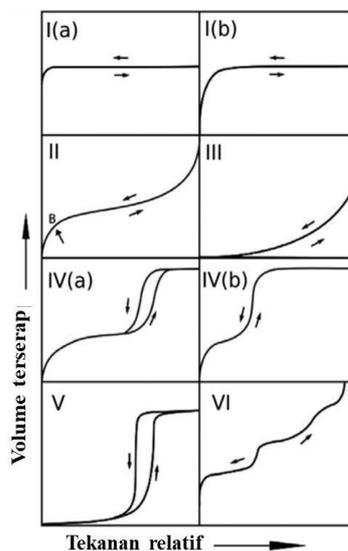
S = Luas permukaan spesifik (m<sup>2</sup>/g)

St = Luas permukaan total (m<sup>2</sup>)

bc = Berat cuplikan (g)

Isoterm BET adalah salah satu metode penentuan luas permukaan zat padat dengan prinsip adsorpsi molekul gas pada permukaan padatan berdasarkan fisisorpsi (*physisorption*). Fenomena ini disebabkan oleh gaya *van der Waals* yang diciptakan oleh lapisan adsorbat yang terdiri dari atom, ion, atau molekul pada permukaan zat yang mengadsorpsi partikel tersebut (Ambroz *et al.*, 2018). Penyerapan tersebut menghasilkan data adsorpsi dalam bentuk adsorpsi isoterm, yaitu jumlah gas yang teradsorpsi dicatat sebagai fungsi tekanan adsorptif pada suhu konstan dengan plot jumlah gas yang terserap terhadap tekanan relatif (P/P<sub>0</sub>). Pengukuran adsorpsi isoterm gas pada suhu mendekati titik kondensasi gas adsorbat adalah teknik konvensional dan sederhana untuk karakterisasi padatan

berpori. Teknik ini melibatkan pengukuran jumlah gas yang diadsorpsi oleh padatan pada berbagai tekanan gas dalam kondisi isothermal.



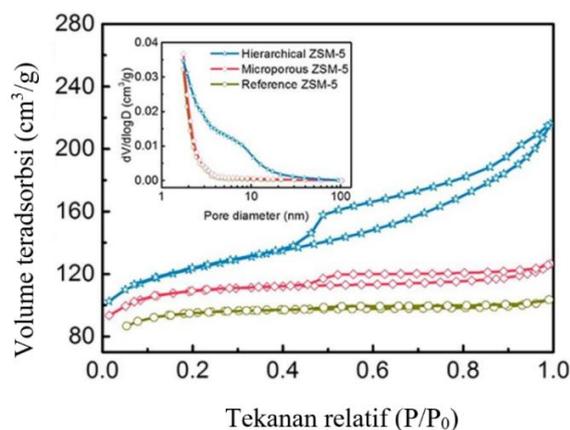
**Gambar 17.** Klasifikasi IUPAC isoterm fisisorpsi (Schlumberger *and* Thommes, 2021).

Grafik adsorpsi isothermal menurut IUPAC diklasifikasikan menjadi enam tipe yang dapat dilihat pada Gambar 17, di antaranya:

1. Tipe I adalah karakteristik padatan mikropori seperti zeolit yang menunjukkan kapasitas adsorpsi yang tinggi dan cepat.
2. Tipe II menunjukkan adsorpsi isoterm pada material atau bahan padatan yang tak berpori.
3. Tipe III untuk bahan yang makropori atau khas untuk uap.
4. Tipe IV menunjukkan adanya *hysteresis loop* yang disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam mesopori dan kenaikan grafik yang tinggi pada  $P/P_0$  sehingga umumnya terdapat pada bahan mesopori seperti silika gel.
5. Tipe V menunjukkan adsorpsi nitrogen yang rendah pada tekanan relatif rendah, kenyataan ini mengindikasikan interaksi rendah antara adsorben dengan adsorben.
6. Tipe VI dihasilkan pada nitrogen yang diadsorpsi pada karbon, namun tipe ini sangat jarang ditemui.

(Schlumberger *and* Thommes, 2021).

Salah satu contoh analisis BET yaitu pada penelitian Yue *et al.* (2017) dalam sintesis ZSM-5 mikropori dan pori hirarki dari aluminosilikat alam dengan metode sintesis tanpa cetakan dapat dilihat pada Gambar 18.



**Gambar 18.** N<sub>2</sub> adsorpsi-desorpsi ZSM-5 (Yue *et al.*, 2017).

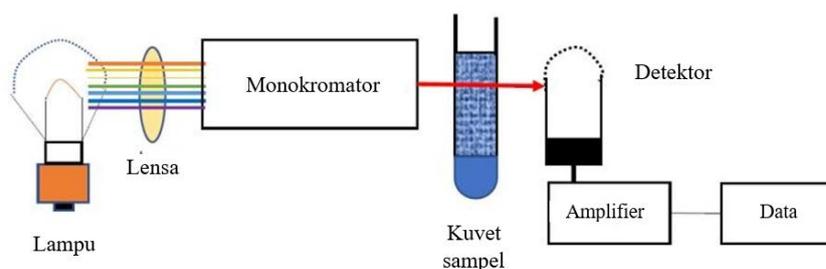
Struktur pori dari ZSM-5 yang berbeda dikarakterisasi dengan nitrogen adsorpsi-desorpsi. Hasil isoterm sampel referensi dan sampel mikropori yang disintesis termasuk dalam isoterm tipe I yang stabil pada tekanan relatif lebih tinggi ( $P/P_0$ ) tetapi tanpa *hysteresis loop* yang jelas, sesuai dengan sifat alami sampel mikropori. Namun isoterm sampel pori hirarki memiliki *hysteresis loop* tipe H-4 yang berbeda pada  $P/P_0$  yang berkisar 4,0 – 1,0 yang menunjukkan koeksistensi pori-pori dan mesopori dalam sampel.

#### 2.10.6. Spektrofotometer UV-Vis dan Metode DNS

Metode DNS (dinitrosalisilat) merupakan metode untuk menentukan kadar gula pereduksi dengan pereaksi dinitrosalisilat yang terdiri dari asam 3,5-dinitrosalisilat, NaOH, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, Na-K-tartarat, fenol, dan H<sub>2</sub>O. Reagen ini mampu membentuk asam 3-amino5-nitrosalisilat yang mampu menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum 540 nm. Prinsip dasarnya yaitu semakin tinggi kadar gula pereduksi dalam sampel, maka akan semakin banyak asam 3-amino-5-nitrosalisilat yang terbentuk. Gula reduksi yang bereaksi dengan DNS akan mengalami reaksi redoks yang terjadi pada gugus aldehyd gula

dan teroksidasi menjadi gugus karboksil, sedangkan oksidator DNS akan tereduksi membentuk asam 3-amino-5-nitrosalisilat. Untuk menentukan absorbansinya, sampel yang telah direaksikan dengan DNS akan ditentukan kadar gula reduksinya menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*.

Spektrofotometer *UV-Vis* (*Ultraviolet-Visible*) adalah instrumen untuk mengukur absorbansi atau transmittansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Analisis ini diterapkan untuk pengukuran kuantitatif larutan, terutama untuk menentukan konsentrasi zat-zat yang diketahui. Instrumen ini menggunakan dua buah sumber cahaya yang berbeda, yaitu sumber cahaya *ultraviolet* (*UV*) dengan lampu Hidrogen atau Deuterium dan sumber cahaya tampak (*visible*) menggunakan lampu Tungsten. Skema dari prinsip kerja spektrofotometer *UV-Vis* ditampilkan pada Gambar 19.



**Gambar 19.** Prinsip Spektrofotometer *UV-Vis* (Rahman *et al.*, 2020).

Pada prinsipnya, sinar polikromatis dari sumber sinar melewati monokromator menghasilkan sinar monokromatis, kemudian sinar tersebut dilewatkan melalui kuvet yang berisi larutan sampel sehingga menghasilkan sinar yang ditransmisikan dan diterima oleh detektor untuk diubah menjadi energi listrik yang kekuatannya dapat diamati oleh pembaca. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel, sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif (Khopkar dan Saptorahardjo, 1990).

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Desember 2023 sampai Juni 2024 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan di Laboratorium Terpadu Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang, *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Negeri Padang, *Spectrophotometer Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *freeze-dry* sampel selulosa dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LT-SIT) Universitas Lampung, *Brunauer-Emmet-Teller* (BET) dilakukan di Laboratorium Terpadu UPN Veteran Yogyakarta, serta karakterisasi hasil produk hidrolisis menggunakan Spektrofotometer *UV-Vis* dilakukan di Laboratorium Teknologi Hasil Pangan, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung.

#### 3.2. Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ampas tebu, aluminium hidroksida ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), larutan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) teknis 2,5 dan 10%, larutan natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) teknis 2 M, larutan asam klorida ( $\text{HCl}$ ) 1 M, kertas saring, indikator universal, TPA-Br (tetrapropilammonium bromida),  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , larutan natrium hidroksida sintesis ( $\text{NaOH}$  50% (w/w)), pati PA, *oil bath*, larutan ammonium nitrat ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) 2 M, sekam padi, larutan natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) 12%, larutan natrium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ) 2,5%, reagen DNS (3,5-dinitrosalisilat), fenol, Na-Metabisulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), Na/K-tartarat, dan akuades.

### 3.3. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca analitik (*Kern&Sohn GmbH ABT 449-35A*), oven *Heraeus 150-B*, gelas kimia 1000, 100, dan 50 mL, gelas ukur 500, 100, dan 50 mL, spatula, *thermometer*, corong kaca, loyang, *hotplate stirrer*, Erlenmeyer 1000 dan 500 mL, buret, statif dan klem, tanur (*Heraeus KR 170E*), *spinbar* (ukuran besar dan kecil), batang pengaduk, cawan penguapan, tabung reaksi, labu ukur 1000 dan 100 mL, botol polipropilen, seperangkat teflon autoklaf, cawan krus, kaca arloji, pipet tetes, saringan ukuran 250  $\mu\text{m}$ , mortar dan alu, blender, dan desikator.

Alat yang digunakan untuk karakterisasi dalam penelitian ini yaitu *X-Ray Diffraction (XRD) X'pert Pro PAN Analytical UK* (United Kingdom) menggunakan *Bruker D8 Advance X-ray diffractionmeter*, *X-Ray Fluorescence (XRF) PANAnalytical Epsilon 3*, *Spectrophotometer Fourier Transform InfraRed (FTIR) Agilent Cary 360 Thermoscientific Nicolet iS-10 Japan*, *Scanning Electron Microscopy (SEM) EVO<sup>®</sup> MA 10*, *Surface Area Analyzer (SAA) Quantachrome<sup>®</sup> QuadraSorb IQ Series*, *Freezedrying*, dan *Dual Beam UV-Vis Spectrophotometer Genesys 10S UV-Vis US* (United States).

### 3.4. Prosedur Penelitian

#### 3.4.1. Ekstraksi Silika dari Ampas Tebu

Ampas tebu yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari PT Indolampung Perkasa (ILP) di Tulang Bawang, Lampung dan dilakukan proses pencucian dan pembakaran untuk memperoleh abu ampas tebu (SCBA). Serat ampas tebu kering tersebut diayak agar terpisah dari pasir, kemudian sebanyak 10 g dicuci dengan cara direndam dalam 250 mL larutan  $\text{HNO}_3$  2,5% sambil diaduk dan dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* sambil diaduk hingga mendidih. Setelah itu ampas tebu dibilas dengan akuades hingga pH netral, disaring, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C, kemudian ampas tebu dibakar dengan menggunakan tanur pada suhu 550 °C selama  $\pm 5$  menit hingga diperoleh abu ampas tebu.

Abu ampas tebu yang diperoleh dari hasil pembakaran akan diekstraksi menggunakan NaOH dengan mencampurkan 5 g abu ampas tebu dengan 125 mL larutan NaOH 2 M sambil dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu 80 °C dan diaduk hingga mendidih selama  $\pm$  1 jam. Hasil campuran tersebut dibiarkan pada suhu kamar selama 24 jam agar proses pengekstraksian maksimal, kemudian disaring untuk memperoleh filtratnya. Filtrat yang dihasilkan ditambahkan larutan HNO<sub>3</sub> 10% tetes demi tetes sampai terbentuk hidrogel silika dengan pH 7. Hidrogel dibiarkan selama 48 jam agar pembentukan gel maksimal. Selanjutnya gel didekantasi menggunakan kertas saring, dicuci dengan akuades panas, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 24 jam. Silika SCBA hasil ekstraksi dilakukan dealuminasi dengan 10 mL HCl 1M ditambahkan ke dalam 1 g silika yang telah ditimbang, kemudian dipanaskan pada suhu 60 °C sambil diaduk selama 3 jam. Setelah itu, campuran dikeringkan dalam oven suhu 60 °C lalu dinetralkan hingga pH 7 menggunakan akuades. Gel yang telah dicuci kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C hingga kering. Silika yang diperoleh akan dikarakterisasi dan dijadikan prekursor dalam sintesis ZSM-5 dengan metode hidrotermal.

### **3.4.2. Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi**

Silika yang diperoleh dari hasil ekstraksi dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* untuk mengetahui komposisi senyawa pada silika SCBA yang diperoleh dari hasil ekstraksi, *Spectrophotometer Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi penyusun silika SCBA yang diperoleh (gugus silanol Si-OH dan siloksan Si-O-Si), dan *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui jenis fasa dan tingkat kristalinitas dari silika SCBA hasil ekstraksi.

### **3.4.3. Sintesis Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5)**

#### **3.4.3.1. Sintesis Benih ZSM-5**

Sintesis zeolit pada penelitian ini dilakukan dengan metode hidrotermal menggunakan prekursor silika komersil (LUDOX) dan sumber alumina

(Al(OH)<sub>3</sub>). Benih ZSM-5 disintesis dengan perbandingan molar pereaksi sebagai berikut.

1 SiO<sub>2</sub>: 0,248 Al(OH)<sub>3</sub>: 0,229 NaOH: 0,240 TPABr: 30,000 H<sub>2</sub>O (Salis, 2022).

Semua prekursor yang digunakan dalam bentuk gel dan dikonversi menjadi zeolit melalui proses hidrotermal yang dilakukan pada suhu 170 °C selama 120 jam.

Komposisi molar dari masing-masing pereaksi secara rinci disajikan pada Tabel 4.

**Tabel 4.** Komposisi molar pereaksi benih ZSM-5

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

**Tabel 5.** Perhitungan komposisi molar pereaksi benih ZSM-5

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

\*massa yang dihitung adalah massa untuk 1 teflon ukuran 50 mL.

Sintesis benih ZSM-5 dilakukan dengan membuat larutan A dengan cara melarutkan 0,4937 g Al(OH)<sub>3</sub> dan 0,936 g NaOH 50% dalam 9,031 g H<sub>2</sub>O yang diaduk secara konstan selama 1 jam. Selanjutnya, pembuatan larutan B dengan cara melarutkan 7,656 g silika LUDOX dalam 9,031 g H<sub>2</sub>O yang diaduk konstan selama 1 jam. Kedua larutan tersebut dicampurkan dengan pengadukan selama 30 menit dan diperoleh larutan C. Setelah homogen, larutan C ditambahkan 3,262 g TPABr yang telah dilarutkan dalam 9,031 g H<sub>2</sub>O dan dilanjutkan pengadukan selama 90 menit pada suhu ruang. Campuran tersebut dipindahkan ke dalam teflon-autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal dengan suhu 170 °C selama

144 jam. Setelah itu, padatan yang terbentuk disaring, dicuci dengan akuades, dan padatan hasil sintesis dikeringkan dengan oven pada suhu 60 °C. Sebelum digunakan sebagai produk ZSM-5, benih yang telah disintesis dilakukan kalsinasi terlebih dahulu seperti pada penelitian Lestari (2018) dengan cara dipanaskan dalam tanur pada suhu 550 °C selama 5 jam yang bertujuan untuk menghilangkan *template* organik dan membuka pori yang terdapat pada benih ZSM-5.

### 3.4.3.2. Sintesis ZSM-5

Sintesis ZSM-5 pada penelitian ini disintesis dengan metode hidrotermal menggunakan silika SCBA sebagai kontrol. ZSM-5 disintesis dengan perbandingan molar sebagai berikut.

1 SiO<sub>2</sub>: 0,161 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,250 NaOH: 30,000 H<sub>2</sub>O (Salis, 2022).

Semua prekursor yang digunakan dalam bentuk gel yang dikonversi menjadi kristal zeolit. Komposisi molar dari masing-masing pereaksi secara rinci disajikan pada Tabel 6 dan Tabel 7.

**Tabel 6.** Komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika SCBA

Komposisi	SiO <sub>2</sub>	NaOH	H <sub>2</sub> O	Al(OH) <sub>3</sub>
Molar	1	0,250	30	0,161
MW (g/mol)	60	40	18	102
ρ (g/mL)	-	-	-	-
W (g)	60	9,170	540	16,384

**Tabel 7.** Perhitungan komposisi molar pereaksi untuk sintesis ZSM-5 dari silika SCBA

Bahan	ρ (g/mL)	Kemurnian (%)	MW (g/mol)	Massa (g)	(g)*
SiO <sub>2</sub>	-	77	60	115,07	4,405
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	11	102	18,35	1,133
NaOH 50%	1,515	50	40	63,90	0
TPABr	-	100	266,26	9,17	-
H <sub>2</sub> O dari NaOH	-	-	18	530,83	30,028
H <sub>2</sub> O ditambahkan	-	-	18		

\*massa yang dihitung adalah massa untuk 1 teflon ukuran 50 mL.

Sintesis ZSM-5 tanpa pati dilakukan dengan 1,133 g NaOH 50% dimasukkan ke dalam botol polipropilen, selanjutnya ditambahkan 4,405 g silika SCBA yang telah dilarutkan dengan H<sub>2</sub>O hasil pengukuran. Setelah itu, botol polipropilen yang berisi silika SCBA dan NaOH 50% dipindahkan ke dalam *oilbath* dan dilakukan pengadukan menggunakan *hotplate stirrer* selama 1 jam pada suhu 80 °C. Campuran berbentuk gel tersebut didinginkan hingga suhu ruang sambil diaduk dan ditambahkan benih ZSM-5 sebanyak 15% dari jumlah silika SCBA yang digunakan, kemudian campuran dihomogenkan selama 1 jam pada suhu ruang. Gel yang dihasilkan dimasukkan ke dalam teflon-autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal pada suhu 170 °C selama 144 jam. Produk yang terbentuk disaring dan dicuci dengan akuades hingga bersih, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 90 °C selama 2 jam. Sebelum produk yang berupa padatan digunakan sebagai katalis dilakukan kalsinasi terlebih dahulu pada suhu 550 °C selama 5 jam.

#### **3.4.3.3. Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki**

Sintesis ZSM-5 pori hirarki dilakukan dengan prosedur yang sama dengan sintesis ZSM-5, dimana setelah semua prekursor dihomogenkan dan didinginkan hingga suhu ruang dilakukan penambahan pati sebagai bio-mesoporogen sebanyak 10% dari jumlah silika SCBA yang digunakan. Selanjutnya, campuran dihomogenkan dengan pengadukan selama 24 jam pada suhu ruang. Campuran berbentuk gel tersebut dipindahkan ke dalam teflon-autoklaf untuk disintesis secara hidrotermal pada suhu 170 °C selama 144 jam. Produk yang terbentuk disaring dan dicuci dengan akuades hingga bersih, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 90 °C selama 2 jam. Sebelum produk yang berupa padatan digunakan sebagai katalis dilakukan kalsinasi terlebih dahulu pada suhu 550 °C selama 5 jam.

#### **3.4.4. Karakterisasi Zeolit Hasil Sintesis**

Hasil sintesis ZSM-5 dari silika SCBA dengan dan penambahan tanpa pati dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui jenis fasa zeolit yang dihasilkan dari proses sintesis, *Brunauer Emmet and Teller* (BET) digunakan

untuk menganalisis luas permukaan kristal dan ukuran pori zeolit hasil sintesis, *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi senyawa yang dihasilkan dari proses sintesis zeolit, dan *Scanning Electron Microscopy* untuk melihat morfologi kristal ZSM-5 hasil sintesis.

### **3.4.5. Persiapan Katalis**

#### **3.4.5.1. Persiapan H-ZSM-5**

ZSM-5 dari silika SCBA tanpa penambahan pati yang diperoleh akan diubah menjadi katalis H-ZSM-5 dengan metode *ion exchange* (pertukaran ion) seperti yang telah dilakukan pada penelitian Ningrum (2023) yaitu menambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M. Sebanyak 2 g ZSM-5 tanpa pati hasil sintesis dicampurkan dengan 20 mL larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80 °C selama 48 jam dengan penggantian larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 M setiap 24 jam. Campuran yang didapat selanjutnya disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH netral, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 24 jam dan dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Hasil yang didapat dari *ion exchange* ZSM-5 disebut H-ZSM-5.

#### **3.4.5.2. Persiapan Ni/H-ZSM-5**

ZSM-5 tanpa pati yang dihasilkan dari *ion exchange* diberi perlakuan impregnasi basah dengan logam Ni. Sebanyak 1 g H-ZSM-5 SCBA dimasukkan ke dalam 10 mL larutan garam nikel ( $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dengan konsentrasi 5% seperti pada prosedur yang telah dilakukan Li *et al.* (2020), kemudian diaduk dan dipanaskan pada suhu 80 °C selama 6 jam. Setelah itu sampel dicuci dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan selama 12 jam dengan suhu 80 °C, selanjutnya sampel dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam (Nurjanah, 2019). Hasil yang didapat dari impregnasi logam Ni pada H-ZSM-5 disebut Ni/H-ZSM-5.

### 3.4.5.3. Persiapan H-ZSM-5 Pori Hirarki

ZSM-5 pori hirarki dari silika SCBA yang diperoleh akan diubah menjadi katalis H-ZSM-5 pori hirarki menggunakan metode *ion exchange* (pertukaran ion) dengan prosedur yang sama seperti persiapan H-ZSM-5. Hasil yang didapat dari *ion exchange* ZSM-5 pori hirarki disebut H-ZSM-5 pori hirarki.

### 3.4.5.4. Persiapan Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki

ZSM-5 pori hirarki dari silika SCBA yang dihasilkan dari *ion exchange* akan diubah menjadi katalis H-ZSM-5 pori hirarki menggunakan metode impregnasi logam Ni dengan prosedur yang sama seperti persiapan Ni/H-ZSM-5. Hasil yang didapat dari impregnasi logam Ni pada ZSM-5 pori hirarki disebut Ni/H-ZSM-5 pori hirarki.

### 3.4.6. Karakterisasi Ni/H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5 Pori Hirarki

Ni/H-ZSM-5 dan Ni/H-ZSM-5 pori hirarki dikarakterisasi menggunakan *Brunaur-Emmet-Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan kristal dan ukuran pori zeolit setelah impregnasi logam Ni, *X-Ray Fluoresence* (XRF) untuk mengetahui komposisi senyawa dan kadar logam Ni yang terdapat pada Ni/H-ZSM-5, dan *Scanning Electron Microscopy* untuk melihat morfologi kristal ZSM-5 pori hirarki setelah perlakuan impregnasi Ni.

### 3.4.7. Uji Aktivitas H-ZSM-5

#### 3.4.7.1. Preparasi Selulosa dari Sekam Padi

Sebelum dilakukan uji aktivitas katalik pada reaksi hidrolisis, sekam padi sebagai sumber selulosa pada penelitian diperoleh dari petani padi di daerah Sukamarga, Lampung Selatan dengan beberapa tahapan seperti pada penelitian Yunus *et al.* (2019) dan Hafid *et al.* (2021). Sekam padi sebanyak 800 g dicuci dan dijemur di bawah sinar matahari, selanjutnya sekam padi digiling menggunakan *hammer mill* untuk mendapatkan ukuran sekam padi yang lebih kecil. Sekam padi yang sudah

digiling kemudian diayak dengan saringan ukuran tertentu 80 *mesh* agar mendapatkan sekam padi yang lebih halus. Selanjutnya, tahap delignifikasi dilakukan dengan dimasukkan sekam padi sebanyak 10 g ke dalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan 100 mL NaOH 12%. Kemudian, campuran tersebut dipanaskan pada suhu 80 °C selama 3 jam dan diaduk dengan *magnetic stirrer*. Endapan yang diperoleh disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral.

Residu yang diperoleh dari delignifikasi dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL, ditambahkan 100 mL larutan NaOCl 2,5%, kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C dan diaduk selama 1 jam. Endapan yang diperoleh disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Endapan tersebut didiamkan selama 1 jam dan dilakukan pengeringan menggunakan *freeze-dry* selama 24 jam, kemudian diperoleh produk berupa serbuk selulosa.

#### **3.4.7.2. Hidrolisis Selulosa**

Pengujian aktivitas katalitik dari hasil sintesis H-ZSM-5 pada penelitian ini dilakukan pada reaksi hidrolisis selulosa limbah sekam padi. Katalis H-ZSM-5 hasil sintesis masing-masing dicampurkan dengan 0,05 g tepung selulosa sekam padi yang telah diperoleh, kemudian campuran ditumbuk dengan metode *mix-milling* seperti yang telah dilakukan oleh Intaramas *et al.* (2018) menggunakan mortar dan alu selama 24 jam. Setelah itu, akuades sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam teflon-autoklaf berukuran 50 mL dan diikuti dengan penambahan hasil campuran yang telah ditumbuk dan dimasukkan ke dalam oven.

Reaksi hidrolisis dilakukan selama beberapa waktu yang telah ditentukan dan setelah proses hidrolisis selesai, larutan tersebut didinginkan dan dipisahkan dari endapannya menggunakan kertas saring. Kemudian, filtrat yang didapat digunakan untuk analisis gula pereduksi. Suhu hidrolisis optimum, waktu hidrolisis optimum yang dibutuhkan, dan jumlah katalis yang digunakan diperoleh setelah dilakukan variasi sebagai berikut.

### **a. Optimasi Suhu Reaksi Hidrolisis**

Pada penelitian ini suhu optimum akan digunakan untuk penentuan waktu dan jumlah katalis optimum. Pengujian aktivitas katalitik zeolit H-ZSM-5 pada reaksi hidrolisis selulosa sekam padi menjadi glukosa menggunakan metode pada penelitian Intaramas *et al.* (2018). Variasi suhu yang digunakan yaitu 130, 135, 140, 145, dan 150 °C. Selanjutnya, filtrat yang diperoleh pada setiap variasi dilakukan analisis spektrofotometer *UV-Vis* untuk memperoleh kondisi suhu optimum.

### **b. Optimasi Waktu Reaksi Hidrolisis**

Waktu reaksi hidrolisis merupakan salah satu faktor penting dalam menentukan laju reaksi hidrolisis. Pengujian aktivitas katalitik zeolit H-ZSM-5 dilakukan dengan variasi waktu yaitu 1, 2, 3, 4, dan 5 jam. Selanjutnya, filtrat yang diperoleh pada setiap variasi dilakukan analisis spektrofotometer *UV-Vis* untuk memperoleh kondisi waktu optimum yang akan digunakan untuk menentukan jumlah katalis optimum.

### **c. Optimasi Rasio Katalis : Selulosa**

Rasio katalis : selulosa dilakukan untuk menentukan kemampuan H-ZSM-5 dalam meningkatkan konversi selulosa menjadi glukosa. Pengujian ini dilakukan berdasarkan pada penelitian Intaramas *et al.* (2018), dimana rasio katalis zeolit H-ZSM-5:selulosa yang digunakan adalah 1:5; 2:5; 3:5; 4:5; dan 5:5. Selanjutnya, filtrat yang diperoleh pada setiap variasi dilakukan analisis spektrofotometer *UV-Vis* untuk memperoleh kondisi jumlah katalis optimum.

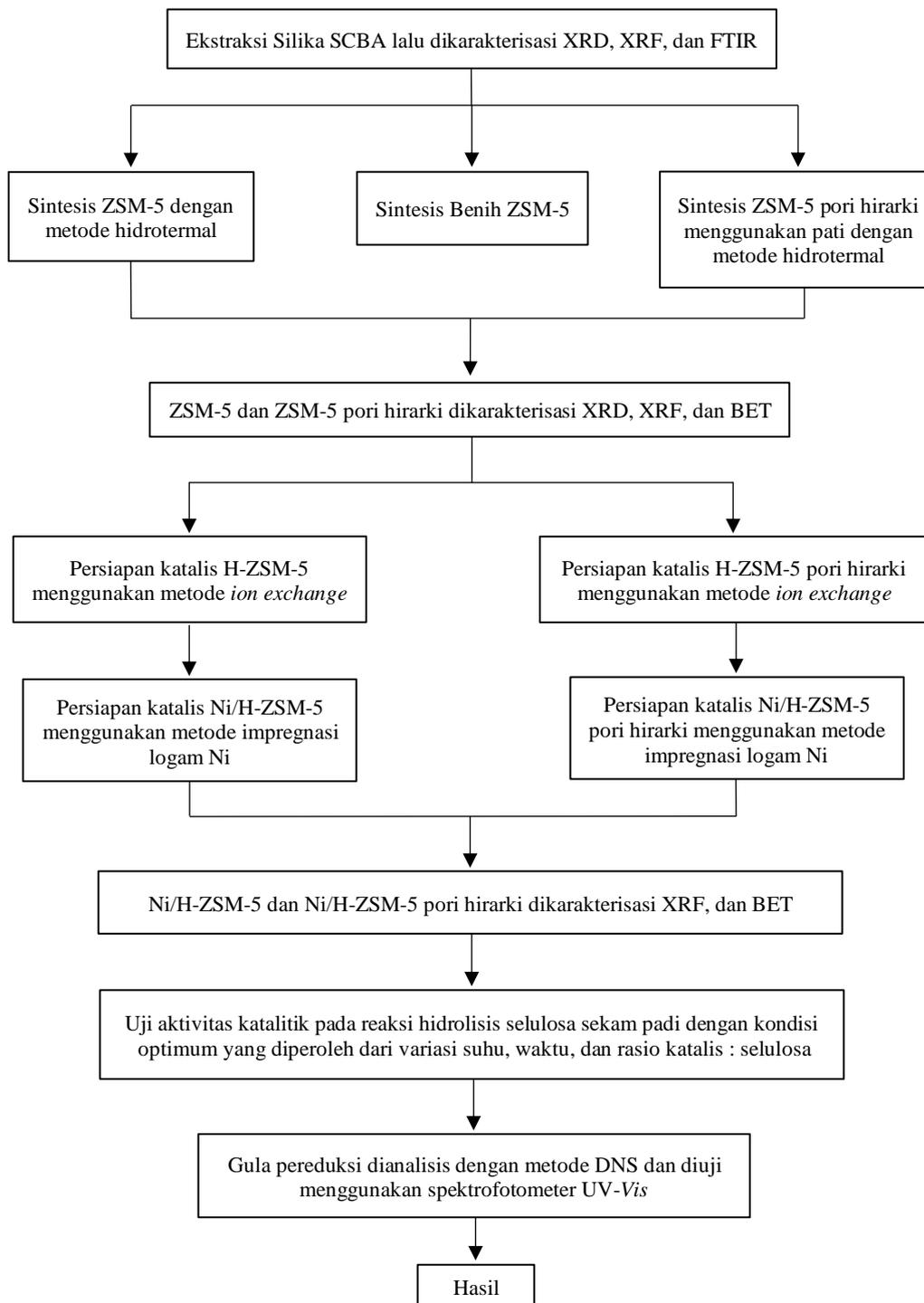
Kondisi optimum yang diperoleh dari variasi suhu, waktu, dan jumlah katalis digunakan untuk menguji kemampuan H-ZSM-5 pori hirarki, Ni/H-ZSM-5, dan Ni/H-ZSM-5 pori hirarki sebagai katalis dalam reaksi hidrolisis.

### 3.4.7.3. Analisis Gula Pereduksi

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

### 3.5. Diagram Alir Penelitian

Secara keseluruhan, rangkaian alur pada penelitian ini dapat diilustrasikan melalui diagram penelitian yang terlihat dalam Gambar 20.



**Gambar 20.** Diagram alir penelitian

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan sebagai berikut.

1. Silika SCBA telah berhasil dikstraksi menggunakan metode alkali dengan rendemen 12,01% dan teridentifikasi berfasa *amorf*, serta memiliki gugus fungsi khas berupa silanol dan siloksan dengan rasio 1,496.
2. ZSM-5 dan ZSM-5 pori hirarki berhasil disintesis menggunakan metode preparasi gel prekursor secara hidrotermal dengan bantuan benih ZSM-5 (*seed assisted*), ditandai dengan kemiripan pola difraksi sesuai dengan standar ZSM-5 menurut IZA dan kristalinitas masing-masing 24,98 dan 84,55% serta morfologi berbentuk heksagonal dan permukaan partikel yang kasar.
3. Ni/H-ZSM-5 memiliki rasio Si/Al lebih rendah daripada Ni/H-ZSM-5 pori hirarki yaitu 4,66 serta terkonfirmasi menyediakan komposisi Ni lebih tinggi, sehingga memiliki asam Brønsted yang lebih baik.
4. ZSM-5 pori hirarki dan Ni/H-ZSM-5 pori hirarki dikonfirmasi memiliki mesopori dengan diameter pori teratur berukuran 5,66 dan 3,44 nm dengan luas permukaan mesopori sebesar 18,757 dan 13,426 m<sup>2</sup>/g.
5. Kondisi optimum reaksi hidrolisis selulosa sekam padi menggunakan katalis H-ZSM-5 pada suhu 140 °C selama 3 jam dengan rasio (katalis:selulosa) sebesar 3:5 dan menghasilkan konversi selulosa paling tinggi pada Ni/H-ZSM-5 pori hirarki sebesar 70,47%.

## **5.2. Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan serta hasil yang diperoleh, maka disarankan untuk meningkatkan aktivitas katalitik ZSM-5 pori hirarki dengan modifikasi impregnasi logam lainnya, seperti Fe, Ti, dan Pt. Selain itu, diperlukan karakterisasi lanjutan berupa SEM-EDX pada ZSM-5 dengan impregnasi logam agar penyebaran logam pada permukaan zeolit terlihat jelas, serta perlu dilakukan pengujian lebih lanjut terhadap glukosa yang dihasilkan secara kuantitatif maupun kualitatif.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adebisi, J. A., Agunsoye, J. O., Bello, S. A., Kolawole, F. O., Ramakokovhu, M. M., Daramola, M. O., and Hassan, S. B. 2019. Extraction of Silica from Sugarcane Bagasse, Cassava Periderm and Maize Stalk: Proximate Analysis and Physico-Chemical Properties of Wastes. *Waste and Biomass Valorization*. 10(3):617–629.
- Affandi, S., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A., and Balgis, R. 2009. A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash. *Advanced Powder Technology*. 20(5):468–472.
- Aini, A. N., Al-Muttaqii, M., Roesyadi, A., dan Kurniawansyah, F. 2020. Kinerja Katalis Ni-Cu/HZSM-5 dalam Pembuatan Biogasoil dari Minyak Bintaro (*Cerbera manghas*) dengan Proses Hydrocracking. *Berkala Sainstek*. 8(3):84–88.
- Alghaffar, M. D., Purwantoro, S. A., dan Kuntjoro, Y. D. 2022. Peran Doktrin Pertahanan Negara dalam Menghadapi Ancaman Krisis Energi dan Perubahan Iklim di Indonesia. *Jurnal Kewarganegaraan*. 6(2):2456–2460.
- Alotibi, M., Alshammari, B., Alotaibi, M., Alotaibi, F., Alshihri, S., Navarro, R., and Fierro, J. 2020. ZSM-5 Zeolite Based Additive in FCC Process: A Review on Modifications for Improving Propylene Production. *Catalysis Surveys from Asia*. 24:1–10.
- Ambroz, F., Macdonald, T. J., Martis, V., and Parkin, I. P. 2018. Evaluation of the BET theory for the characterization of meso and microporous MOFs. *Small Methods*. 2(11):1–17.
- Ambrozova, P., Kynicky, J., Urubek, T., and Nguyen, V. D. 2017. Synthesis and modification of clinoptilolite. *Molecules*. 22(7):1–13.
- Anggoro, D. D. 2018. *Buku Ajar Teori dan Aplikasi Rekayasa Zeolit*. Undip Press. Semarang.
- Anggraeni, P., dan Addarajah, Z. 2013. Hidrolisis Selulosa Enceng Gondok (*Eichhornia crassipes*) menjadi Glukosa dengan Katalis Arang Aktif Tersulfonasi. *Jurnal Teknologi Kimia Dan Industri*. 2(3):63–69.
- Aspromonte, S. G., Romero, A., Boix, A. V., and Alonso, E. 2019. Hydrolysis of Cellulose to Glucose by Supercritical Water and Silver Mesoporous Zeolite Catalysts. *Cellulose*. 26(4):2471–2485.

- Bai, R., Song, Y., Li, Y., and Yu, J. 2019. Creating Hierarchical Pores in Zeolite Catalysts. *Trends in Chemistry*. 1(6):601–611.
- Balasundram, V., Ibrahim, N., Kasmani, R., Isha, R., Abd Hamid, M. K., and Hasbullah, H. 2022. Catalytic upgrading of biomass-derived pyrolysis vapour over metal-modified HZSM-5 into BTX: a comprehensive review. *Biomass Conversion and Biorefinery*. 12:1-53.
- Balasundram, V., Zaman, K. K., Ibrahim, N., Kasmani, R. M., Isha, R., Hamid, M. K. A., and Hasbullah, H. 2018. Catalytic upgrading of pyrolysis vapours over metal modified HZSM-5 via in-situ pyrolysis of sugarcane bagasse: Effect of nickel to cerium ratio on HZSM-5. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 134:309–325.
- Batool, F., Masood, A., and Ali, M. 2020. Characterization of Sugarcane Bagasse Ash as Pozzolan and Influence on Concrete Properties. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 1:1–10.
- Bu, L., Nimlos, M. R., Robichaud, D. J., and Kim, S. 2018. Diffusion of aromatic hydrocarbons in hierarchical mesoporous H-ZSM-5 zeolite. *Catalysis Today*. 312:73–81.
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, and Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*. 45(4):289–299.
- Che, Q., Yang, M., Wang, X., Yang, Q., Chen, Y., Chen, X., Chen, W., Hu, J., Zeng, K., Yang, H., and Chen, H. 2019. Preparation of mesoporous ZSM-5 catalysts using green templates and their performance in biomass catalytic pyrolysis. *Bioresource Technology*. 289:121-729.
- Chen, H., Shi, X., Liu, J., Jie, K., Zhang, Z., Hu, X., Zhu, Y., Xiuyang, L., Fu, J., Huang, H., and Dai, S. 2018. Control Synthesis of Hierarchical ZSM-5 for Catalytic Fast Pyrolysis of Cellulose to Aromatics. *Journal of Materials Chemistry A*. 6(42):21178–21185.
- Chindaprasirt, P., and Rattanasak, U. 2020. Eco-production of silica from sugarcane bagasse ash for use as a photochromic pigment filler. *Scientific Reports*. 10(1):1–9.
- Dewi, T. K., Mahdi, dan Novriyansyah, T. 2016. Pengaruh Rasio Reaktan pada Impregnasi dan Suhu Reduksi terhadap Karakter Katalis Kobalt/Zeolit Alam Aktif. *Jurnal Teknik Kimia*. 22(3):9–18.
- Ding, Y. L., Wang, H. Q., Xiang, M., Yu, P., Li, R. Q., and Ke, Q. P. 2020. The Effect of Ni-ZSM-5 Catalysts on Catalytic Pyrolysis and Hydro-Pyrolysis of Biomass. *Frontiers in Chemistry*. 8(2):1–11.

- Farirai, F., Mupa, M., and Daramola, M. O. 2021. An Improved Method for The Production of High Purity Silica from Sugarcane Bagasse Ash Obtained from a Bioethanol Plant Boiler. *Particulate Science and Technology*. 39(2):252–259.
- Fatriasi, W., Masruchin, N., dan Hermiati, E. 2019. *Selulosa : Karakteristik dan Pemanfaatannya*. LIPI Press. Bogor.
- Feng, S. H., and Li, G. H. 2017. *Modern Inorganic Synthetic Chemistry (2nd Edition)*. Elsevier. 73-104 pp.
- Fu, S., Fang, Q., Li, A., Li, Z., Han, J., Dang, X., and Han, W. 2021. Accurate characterization of full pore size distribution of tight sandstones by low-temperature nitrogen gas adsorption and high-pressure mercury intrusion combination method. *Energy Science and Engineering*. 9(1):80–100.
- Gao, S., Zhang, M., Xu, S., Wei, Y., Li., Wang, J., Zhang, W., and Liu, Z. 2016. Changing the balance of the MTO reaction dual-cycle mechanism: Reactions over ZSM-5 with varying contact times. *Chinese Journal of Catalysis*. 37:1413-1422.
- Gorzin, F., and Yaripour, F. 2019. Production of light olefins from methanol over modified H-ZSM-5: effect of metal impregnation in high-silica zeolite on product distribution. *Research on Chemical Intermediates*. 45(2):261–285.
- Hafid, H. S., Omar, F. N., Zhu, J., and Wakisaka, M. 2021. Enhanced crystallinity and thermal properties of cellulose from rice husk using acid hydrolysis treatment. *Carbohydrate Polymers*. 260:117789.
- Hamidzadeh, M., Komeili, S., and Saeidi, M. 2018. Seed-induced synthesis of ZSM-5 aggregates using the Silicate-1 as a seed: Characterization and effect of the Silicate-1 composition. *Microporous and Mesoporous Materials*. 268:153–161.
- Hartanto, D., Iqbal, R. M., Shahbihi, W. E., Santoso, E., Fansuri, H., and Iryani, A. 2017. Effect of H<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> Molar Ratio on Direct Synthesis of ZSM-5 from Bangka's Kaolin Without Pretreatment. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*. 13(4):817–820.
- Hartati, Widiati, A. A., dan Luthfia, K. 2019. Sintesis Zeolit ZSM-5 dari Metakaolin Terdealuminasi Tanpa Cetakan Organik dengan Metode Desilikasi. *Akta Kimia Indonesia*. 4(1):63-74.
- Hasran, M. A. R., Imam, D. N. A., and Sunendar, B. 2021. Addition of Rice Husk Nanocellulose To the Impact Strength of Resin Base Heat Cured. *Journal of Vocational Health Studies*. 4(3):119-124.
- Hassan, N. S., Jalil, A. A., Hitam, C. N. C., Vo, D. V. N., and Nabgan, W. 2020. Biofuels and renewable chemicals production by catalytic pyrolysis of cellulose: a review. *Environmental Chemistry Letters*. 18(5):1625–1648.

- Hastriana, N. 2017. Ekstraksi dan Dealuminasi Silika dari Ampas Tebu (Bagasse) Menggunakan Asam Klorida (HCl) sebagai Prekursor Utama Sintesis Zeolit ZSM-5. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Herizal, H. 2020. Sintesis Katalis Zeolit H-ZSM-5 dari Zeolit Alam Wonosari untuk Konversi Etanol Menjadi Olefin. *Lembaran Publikasi Minyak Dan Gas Bumi*. 54(3):159–167.
- Hernando, H., Ochoa-Hernández, C., Shamzhy, M. V., Moreno, I., Feroso, J., Pizarro, P., Coronado, J. M., Cejka, J., and Serrano, D. P. 2019. The crucial role of clay binders in the performance of ZSM-5 based materials for biomass catalytic pyrolysis. *Catalysis Science and Technology*. 9(3):789–802.
- Hoang, P. H., and Thu-Thao, N. T. 2022. Dry gel synthesis of hierarchical ZSM-5 zeolite using hydroxyl propyl methyl cellulose (HPMC) as a mesopore and its catalytic activity in alkylation reactions. *RSC Advances*. 12(38):24511–24517.
- Hu, T., Gao, W., Liu, X., Zhang, Y., and Meng, C. 2017. Synthesis of zeolites Na-A and Na-X from tablet compressed and calcinated coal fly ash. *Royal Society Open Science*. 4(10):1–11.
- Intaramas, K., Jonglertjanya, W., Laosiripojana, N., and Sakdaronnarong, C. 2018. Selective Conversion of Cassava Mash to Glucose Using Solid Acid Catalysts by Sequential Solid State Mixed-Milling Reaction and Thermo-Hydrolysis. *Energy*. 149:837–847.
- Iyoki, K., Itabashi, K., and Okubo, T. 2014. Progress in seed-assisted synthesis of zeolites without using organic structure-directing agents. *Microporous and Mesoporous Materials*. 189:22–30.
- Jamaluddin, N., Kanno, T., Asoh, T. A., and Uyama, H. 2019. Surface Modification of Cellulose Nanofiber using Acid Anhydride for Poly(Lactic Acid) Reinforcement. *Materials Today Communications*. 21:100587.
- Javdani, A., Ahmadpour, J., and Yaripour, F. 2019. Nano-sized ZSM-5 zeolite synthesized via seeding technique for methanol conversions: A review. *Microporous and Mesoporous Materials*. 284:443–458.
- Jia, X., Khan, W., Wu, Z., Choi, J., and Yip, A. C. K. 2019. Modern synthesis strategies for hierarchical zeolites: Bottom-up versus top-down strategies. *Advanced Powder Technology*. 30(3):467–484.
- Jia, Y., Wang, J., Zhang, K., Chen, G., Yang, Y., Liu, S., Ding, C., Meng, Y., and Liu, P. 2018. Hierarchical ZSM-5 zeolite synthesized via dry gel conversion-steam assisted crystallization process and its application in aromatization of methanol. *Powder Technology*. 328:415–429.

- Johar, N., Ahmad, I., and Dufresne, A. 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*. 37(1):93–99.
- Jozefaciuk, G., and Bowanko, G. 2002. Effect of Acid and Alkali Treatments on Surface Areas and Adsorption Energies of Selected Minerals. *Clays and Clay Minerals*. 50(6):771–783.
- Kadja, G. T. M., Mukti, R. R., Liu, Z., Rilyanti, M., Ismunandar, Marsih, I. N., Ogura, M., Wakihara, T., and Okubo, T. 2016. Mesoporogen-free synthesis of hierarchically porous ZSM-5 below 100 °C. *Microporous and Mesoporous Materials*. 226:344–352.
- Kafle, B. P. 2020. *Introduction to nanomaterials and application of UV–Visible spectroscopy for their characterization*. Elsevier. Amsterdam. 147-198 pp.
- Kakaei, K., Esrafil, M. D., and Ehsani, A. 2019. *Introduction to Catalysis*. Elsevier. 1-21 pp.
- Kang, S., Fu, J., and Zhang, G. 2018. From lignocellulosic biomass to levulinic acid: A review on acid-catalyzed hydrolysis. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 94:340–362.
- Kerstens, D., Smeyers, B., Van-Waeyenberg, J., Zhang, Q., Yu, J., and Sels, B. F. 2020. State of the Art and Perspectives of Hierarchical Zeolites: Practical Overview of Synthesis Methods and Use in Catalysis. *Advanced Materials*. 32(44):2004690.
- Khopkar, S. M., dan Saptorahardjo, A. 1990. *Konsep dasar kimia analitik*. UI Press. Jakarta.
- Khoshbin, R., Oruji, S., and Karimzadeh, R. 2018. Catalytic cracking of light naphtha over hierarchical ZSM-5 using rice husk ash as silica source in presence of ultrasound energy: Effect of carbon nanotube content. *Advanced Powder Technology*. 29(9):2176–2187.
- Kianfar, E. 2020. Zeolites: Properties, Applications, Modification and Selectivity. *Zeolites: Advances in Research and Applications*. 3:1–20.
- Kurniasari, L., Djaeni, M., dan Purbasari, A. 2011. Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Adsorben Pada Alat Pengering Bersuhu Rendah. *Reaktor*. 13(3):178–184.
- Las, T., dan Zamroni, H. 2002. Penggunaan Zeolit dalam Bidang Industri dan Lingkungan. *Jurnal Zeolit Indonesia*. 1(1):27–34.
- Lestari, D. T. 2018. Sintesis ZSM-5 (*Zeolite Secony Mobile-5*) Pori Hirarki dari Silika Abu Ampas Tebu (*Sugarcane Bagasse Ash*) Menggunakan Metode *Solid-State Conversion* dengan Penambahan Benih ZSM-5. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.

- Lestari, D. Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia*. 1–6 pp.
- Li, W., Li, F., Wang, H., Liao, M., Li, P., Zheng, J., Tu, C., and Li, R. 2020. Hierarchical mesoporous ZSM-5 supported nickel catalyst for the catalytic hydrodeoxygenation of anisole to cyclohexane. *Molecular Catalysis*. 480(5):610–618.
- Li, Y., and Yu, J. 2021. Emerging applications of zeolites in catalysis, separation and host–guest assembly. *Nature Reviews Materials*. 6(12):1156–1174.
- Lunt, A. J. G., Chater, P., and Korsunsky, A. M. 2018. On the origins of strain inhomogeneity in amorphous materials. *Scientific Reports*. 8(1):2–9.
- Ma, T., Zhang, L., Song, Y., Shang, Y., Zhai, Y., and Gong, Y. 2018. A comparative synthesis of ZSM-5 with ethanol or TPABr template: distinction of Brønsted/Lewis acidity ratio and its impact on n-hexane cracking. *Catalysis Science and Technology*. 8(7):1923–1935.
- Megawati, Fardhyanti, D. S., Putri, A. R. D., Fianti, O., Simalango, A. F., and Akhir, A. E. 2018. Synthesis of Silica Powder from Sugar Cane Bagasse Ash and Its Application as Adsorbent in Adsorptive-distillation of Ethanol-water Solution. *MATEC Web of Conferences*. 237:1–6.
- Meng, X., Lin, C., Zhang, Y., Qin, H., Cao, S., and Duan, L. 2019. Mass Transfer Behavior of Benzene in Hierarchically Structured ZSM-5. *Frontiers in Chemistry*. 7(7):502-510.
- Mgbemere, H. E., Ekpa, I. C., Lawal, G. I., Ekpe, I. C., and Lawal, G. I. 2017. Zeolite Synthesis, Characterisation and Application Areas: A Review. *International Research Journal of Environmental Sciences*, 6(10):45–59.
- Mohd, N. K., Wee, N. N. A. N., and Azmi, A. A. 2017. Green synthesis of silica nanoparticles using sugarcane bagasse. *AIP Conference Proceedings*. 1885.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., and Ragadhita, R. 2019. How to read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*. 4(1):97–118.
- Nasir, M., Hashim, R., Sulaiman, O., and Asim, M. 2017. *Nanocellulose: Preparation methods and applications*. Elsevier. Amsterdam. 261-276 pp.
- 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.
- Ningrum, A. D. W. 2023. Sintesis ZSM-5 Pori Hirarki Berbasis Silika Sugarcane Bagasse Ash (SCBA) menggunakan Pati sebagai Green Template untuk Katalis dalam Hidrolisis Selulosa Biomassa Sekam Padi. *Tesis*. Universitas Lampung. Lampung.

- Nishu, Liu, R., Rahman, M. M., Sarker, M., Chai, M., Li, C., and Cai, J. 2020. A review on the catalytic pyrolysis of biomass for the bio-oil production with ZSM-5: Focus on structure. *Fuel Processing Technology*. 199:106-301.
- Norsuraya, S., Fazlena, H., and Norhasyimi, R. 2016. Sugarcane Bagasse as a Renewable Source of Silica to Synthesize Santa Barbara Amorphous-15 (SBA-15). *Procedia Engineering*. 148:839–846.
- Nurjanah, D. 2019. Konversi Minyak Kelapa menjadi Biodiesel Menggunakan Zeolit Alam Lampung Termodifikasi Logam Ni sebagai Katalis Asam Melalui Reaksi Transesterifikasi. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Octaviani, S. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Zsm-5 Mesopori dengan Metode Desilikasi dan Studi Awal Katalisis Oksidasi Metana. *Skripsi*. Universitas Indonesia. Depok.
- Oliveira, J. P. de, Bruni, G. P., Lima, K. O., Halal, S. L. M. El, Rosa, G. S. da, Dias, A. R. G., and Zavareze, E. R. 2017. Cellulose fibers extracted from rice and oat husks and their application in hydrogel. *Food Chemistry*. 221:153–160.
- Osman, N. S., and Sapawe, N. 2019. Waste Material As an Alternative Source of Silica Precursor in Silica Nanoparticle Synthesis-A Review. *Materials Today: Proceedings*. 19:1267–1272.
- Othman, S. M. 2019. Catalysts of the preparation and industrial importance of catalysis and catalyst deactivation. *International Journal of Advanced Chemistry Research*. 1(2):23–27.
- Paramitha, T., Saputra, T. R., Aliah, A. N., Tarigan, A. V., and Ghozali, M. 2019. Karakterisasi Silika Dari Abu Ampas Tebu. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*. 5(3):290–298.
- Parinduri, L., dan Parinduri, T. 2020. Konversi Biomassa sebagai Sumber Energi Terbarukan. *Journal of Electrical Technology*, 5(2), 88–92.
- Pérez-Ramírez, J., Verboekend, D., Bonilla, A., and Abelló, S. 2009. Zeolite Catalysts with Tunable Hierarchy Factor by Pore-Growth Moderators. *Advanced Functional Materials*. 19:3972–3979.
- Praputri, E., Sundari, E., Firdaus, F., dan Sofyan, S. 2018. Penggunaan Katalis Homogen dan Heterogen pada Proses Hidrolisis Pati Umbi Singkong Karet menjadi Glukosa. *Jurnal Litbang Industri*. 8(2):105–110.
- Purnami, P., Wardana, I. N., dan Veronika, K. 2015. Pengaruh Penggunaan Katalis Terhadap Laju Dan Efisiensi Pembentukan Hidrogen. *Jurnal Rekayasa Mesin*. 6:51–59.
- Purnawan, C., Martini, T., dan Rini, I. P. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Silika Abu Ampas Tebu Termodifikasi Arginin sebagai Adsorben Ion Logam Cu(II). *Jurnal Penelitian Kimia*. 14(2):333-348.

- Radoor, S., and Unnikrishnan, G. 2019. Synthesis, characterization and evaluations of micro/mesoporous ZSM-5 zeolite using starch as bio template. *SN Applied Sciences*. 1:1–13.
- Rahayu, F. L., Nuryanto, R., dan Suyati, L. 2013. Pengaruh Diameter Kanal Pelet Katalis Zeolit Aktif dan Ni-Zeolit Terhadap Pirolisis Limbah Batang Pohon Sagu (*Metroxylon* sp.). *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*. 16(1):33–37.
- Rahman, H., Arini, S. F., and Utomo, V. 2020. Tannins Extraction of Tea Leaves by Ultrasonic Method: Comparison with The Conventional Method. *Jurnal Teknologi*. 8(1):84–95.
- Rahmawati, S. Y., dan Prasetya, T. 2019. Pengaruh Penggunaan Zeolit Alam sebagai Pengikat Impuritas pada Pembuatan Garam. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 8(3):141–146.
- Razzaq, M., Zeeshan, M., Qaisar, S., Iftikhar, H., and Muneer, B. 2019. Investigating use of metal-modified HZSM-5 catalyst to upgrade liquid yield in co-pyrolysis of wheat straw and polystyrene. *Fuel*. 257:116119.
- Rilyanti, M., Mukti, R. R., Kadja, G. T. M., Ogura, M., Nur, H., Ng, E. P., and Ismunandar. 2016. On the drastic reduction of organic structure directing agent in the steam-assisted crystallization of zeolite with hierarchical porosity. *Microporous and Mesoporous Materials*. 230:30–38.
- Rilyanti, M., Ningrum, A. D., Zahra, Z., Suharso, S., Buhani, B., Yandri, Y., and Hadi, S. 2023. Hierarchical ZSM-5 Based on Silica Bagasse and Mesopore Template from Starch as Catalyst for Glucose Production. *Asian Journal of Chemistry*. 35(2):441–446.
- Rilyanti, M., Silviana, E. G., Buhani, Pandiangan, K. D., dan Jualiasih, N. L. G. R. 2020. Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit Mordenit (Mor) Pori Hirarki Berbasis Silika Abu Ampas Tebu. *Analit : Analytical and Environmental Chemistry*. 5(2):178–191.
- Salakhum, S., Yuthalekha, T., Chareonpanich, M., Limtrakul, J., and Wattanakit, C. 2018. Synthesis of hierarchical faujasite nanosheets from corn cob ash-derived nanosilica as efficient catalysts for hydrogenation of lignin-derived alkylphenols. *Microporous and Mesoporous Materials*. 258:141–150.
- Salis, N. 2022. Sintesis dan Karakterisasi Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5) Pori Hirarki Berbasis Silika Abu Ampas Tebu Menggunakan Pati Sebagai Bio-Mesoporogen. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Sapei, L., Padmawijaya, Samuel., K., Sutejo, A., dan Theresia, L. 2015. Karakterisasi Silika Sekam Padi dengan Variasi Temperatur Leaching Menggunakan Asam Asetat. *Jurnal Teknik Kimia*. 9(2):38–43.

- Scarlett, N., and Madsen, I. 2018. Effect of microabsorption on the determination of amorphous content via powder X-ray diffraction. *Powder Diffraction*. 33(1):26–37.
- Schlumberger, C., and Thommes, M. 2021. Characterization of Hierarchically Ordered Porous Materials by Physisorption and Mercury Porosimetry—A Tutorial Review. *Advanced Materials Interfaces*. 8(4):2002181.
- Sentosa, L., Subagio, B. S., Rahman, H., dan Yamin, R. A. 2018. Aktivasi Zeolit Alam Asal Bayah dengan Asam dan Basa sebagai Aditif Campuran Beraspal Hangat (Warm Mixed Asphalt (WMA)). *Jurnal Teknik Sipil*. 25(3):203–212.
- Setiawan, Y., Mahatmanti, F. W., Harjono, dan Jumaeri. 2017. Preparasi dan Karakterisasi Nanozeolit dari Zeolit Alam Gunungkidul dengan Metode Top-Down. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 6(2):1–8.
- Setyaningsih, L. W. N., Rizkiyaningrum, U. M., dan Andi, R. 2017. Pengaruh Konsentrasi Katalis Dan Reusability Katalis Pada Sintesis Triasetin Dengan Katalisator Lewatit. *Teknoin*. 23(1):56–62.
- Shirazi, L., Jamshidi, E., and Ghasemi, M. R. 2008. The effect of Si/Al ratio of ZSM-5 zeolite on its morphology, acidity, and crystal size. *Crystal Research and Technology*. 43(12):1300-1306.
- Sivamani, S., and Baskar, R. 2018. Process design and optimization of bioethanol production from cassava bagasse using statistical design and genetic algorithm. *Preparative Biochemistry & Biotechnology*. 48(9):834–841.
- Song, G., Chen, W., Dang, P., Yang, S., Zhang, Y., Wang, Y., Xiao, R., Ma, R., and Li, F. 2018. Synthesis and Characterization of Hierarchical ZSM-5 Zeolites with Outstanding Mesoporosity and Excellent Catalytic Properties. *Nanoscale Research Letters*. 13:1-13.
- Steven, S., Restiawaty, E., and Bindar, Y. 2021. Routes for energy and bio-silica production from rice husk: A comprehensive review and emerging prospect. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 149:111-329.
- Sudalyandi, K., and Jeyakumar, R. 2022. *Kinetics and Modelling of Hydrolysis BT*. Springer Nature. Singapore. 85-97 pp.
- Sudarsanam, P., Peeters, E., Makshina, E. V., Parvulescu, V. I., and Sels, B. F. 2019. Advances in Porous and Nanoscale Catalysts for Viable Biomass Conversion. *Chemical Society Reviews*. 48(8):2366–2421.
- Suzuki, S., Takeoka, Y., Rikukawa, M., and Yoshizawa, F. M. 2018. Brønsted acidic ionic liquids for cellulose hydrolysis in an aqueous medium: Structural effects on acidity and glucose yield. *RSC Advances*. 8(26):14623–14632.

- Teh, K., Foo, M., Chien Wei, O., and Chew, I. 2020. Sustainable and Cost-effective Approach for the Synthesis of Lignin-containing Cellulose Nanocrystals from Oil Palm Empty Fruit Bunch. *Chemosphere*. 267:129277.
- Utomo, Y., dan Fadila, E. N. 2020. Isolasi Lignin dari Sekam Padi (*Oryza Sativa L*) Serta Pemanfaatannya Sebagai Adsorben Ion Cd(II). *JC-T (Journal Cis-Trans): Jurnal Kimia Dan Terapannya*. 4(2):19–26.
- Wang, J.-X., Zhao, X.-Y., Liu, S.-N., Ren, X.-Y., Zhao, M., Cui, X., Chen, Q., and Wei, X.-Y. 2019. Enhancement of light aromatics from catalytic fast pyrolysis of cellulose over bifunctional hierarchical HZSM-5 modified by hydrogen fluoride and nickel/hydrogen fluoride. *Bioresource Technology*. 278:116–123.
- Wang, Z., Jiang, X., Pan, M., and Shi, Y. 2020. Nano-scale pore structure and its multi-fractal characteristics of tight sandstone by n<sub>2</sub> adsorption/desorption analyses: A case study of shihezi formation from the sulige gas filed, ordos basin, china. *Minerals*, 10(4):1–21.
- Wu, T., Li, N., Pan, X., and Chen, S. L. 2020. Homogenous hydrolysis of cellulose to glucose in an inorganic ionic liquid catalyzed by zeolites. *Cellulose*. 27(16):9201–9215
- Xiong, G., Meng, F., Liu, J., Liu, L., and Zhao, L. 2021. Rapid hydrothermal synthesis of hierarchical ZSM-5/beta composite zeolites. *RSC Advances*, 11(35):21235–21247.
- Xu, Q., Ji, T., Gao, S. J., Yang, Z., and Wu, N. 2018. Characteristics and applications of sugar cane bagasse ash waste in cementitious materials. *Materials*. 12(1):1–19.
- Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q., and Chen, J. 2007. *Synthesis, Structure, and Characterization of Mesoporous Materials*. John Wiley & Sons. 467–601 pp.
- Yanti, R. N., Hambali, E., Pari, G., dan Suryani, A. 2021. Analisis Karakteristik Fungsi Zeolit Alam Aktif Sebagai Katalis Setelah Diimpregnasi Logam Nikel. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 39(3):138–147.
- Youn, M. H., Seo, J. G., Cho, K. M., Jung, J. C., Kim, H., La, K. W., Park, D. R., Park, S., Lee, S. H., and Song, I. K. 2008. Effect of support on hydrogen production by auto-thermal reforming of ethanol over supported nickel catalysts. *Korean Journal of Chemical Engineering*. 25(2):236–238.
- Yue, Y., Gu, L., Zhou, Y., Liu, H., Yuan, P., Zhu, H., Bai, Z., and Bao, X. 2017. Template-Free Synthesis and Catalytic Applications of Microporous and Hierarchical ZSM-5 Zeolites from Natural Aluminosilicate Minerals. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 56(36):10069–10077.
- Yuhermita, N., Nazarudin, N., Alfernando, O., Prabasari, I., dan Haviz, M. 2021. Perengkahan Katalitik Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Co-Carbon Yand dihasilkan dengan Metode Pertukaran Ion. *Journal BiGME*. 1(1):1–22.

- Yunus, M. A., Raya, I., Maming, and Tuara, Z. I. 2019. Extraction Cellulose From Rice Husk. *Indonesia Chimica Acta*. 12(2):79–83.
- Yusuf, M., Suhendar, D., dan Hadisantoso, E. P. 2014. Studi Karakteristik Silika Gel Hasil Sintesis dari Ampas Tebu Dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida. *UIN SGD Bandung*. 8(1):159–181.
- Zang, Y., Dong, X., Ping, D., Geng, J., and Dang, H. 2018. Green routes for the synthesis of hierarchical HZSM-5 zeolites with low SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ratios for enhanced catalytic performance. *Catalysis Communications*. 113(1):51–54.
- Zeng, M., and Pan, X. 2022. Insights Into Solid Acid Catalysts for Efficient Cellulose Hydrolysis to Glucose: Progress, Challenges, and Future Opportunities. *Catalysis Reviews - Science and Engineering*. 64(3):445–490.
- Zhang, L., Xi, G., Chen, Z., Jiang, D., Yu, H., and Wang, X. 2017. Highly selective conversion of glucose into furfural over modified zeolites. *Chemical Engineering Journal*. 307:868–876.
- Zhang, M., Liu, X., and Yan, Z. 2015. Soluble starch as in-situ template to synthesize ZSM-5 zeolite with intracrystal mesopores. *Materials Letters*, 164:46-50.
- Zhao, X., Xu, J., Wang, A., and Zhang, T. 2015. Porous carbon in catalytic transformation of cellulose. *Chinese Journal of Catalysis*. 36(9):1419–1427.
- Zhao, Y., Li, Y., Cheng, P., and Zhang, H. 2023. Hierarchical ZSM-5 Zeolite Synthesized Only with Simple Organic Templates. *Inorganics*. 11(7):1–9.
- Zoubida, L., and Hichem, B. 2018. *The Nanostructure Zeolites MFI-Type ZSM-5*. Intech Open. London. 43–61 pp.