

**AKTIVITAS KATALIS TiO₂-ZEOLIT
ALAM MALANG DALAM ISOMERISASI GLUKOSA
DENGAN VARIASI WAKTU DAN SUHU REAKSI**

SKRIPSI

oleh:

**MOHAMMAD YUSUF
NIM. 10630068**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014**

**AKTIVITAS KATALIS TiO₂-ZEOLIT
ALAM MALANG DALAM ISOMERISASI GLUKOSA
DENGAN VARIASI WAKTU DAN SUHU REAKSI**

SKRIPSI

Diajukan Kepada:

**Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

Oleh :

MOHAMMAD YUSUF

NIM. 10630068

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG**

2014

**AKTIVITAS KATALIS TiO₂-ZEOLIT
ALAM MALANG DALAM ISOMERISASI GLUKOSA
DENGAN VARIASI WAKTU DAN SUHU REAKSI**

SKRIPSI

Oleh :
MOHAMMAD YUSUF
NIM. 10630068

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal : 16 Juni 2014

Pembimbing I

Pembimbing II

Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Begum Fauziyah, S.Si., M.Farm
NIP. 19830628 200912 2 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**AKTIVITAS KATALIS TiO₂-ZEOLIT
ALAM MALANG DALAM ISOMERISASI GLUKOSA
DENGAN VARIASI WAKTU DAN SUHU REAKSI**

SKRIPSI

**Oleh :
MOHAMMAD YUSUF
NIM. 10630068**

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 16 Juni 2014

Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)
NIP. 19770720 200312 2 001

Ketua Penguji : Tri Kustono Adi, M.Sc (.....)
NIP. 19710311 200312 1 002

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc (.....)
NIP. 19821104 200901 2 007

Anggota Penguji : Begum Fauziyah, S.Si., M.Farm (.....)
NIP. 19830628 200912 2 004

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mohammad Yusuf

NIM : 10630068

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : Aktivitas Katalis TiO_2 -Zeolit Alam Malang dalam Isomerisasi Glukosa dengan Variasi Waktu dan Suhu Reaksi

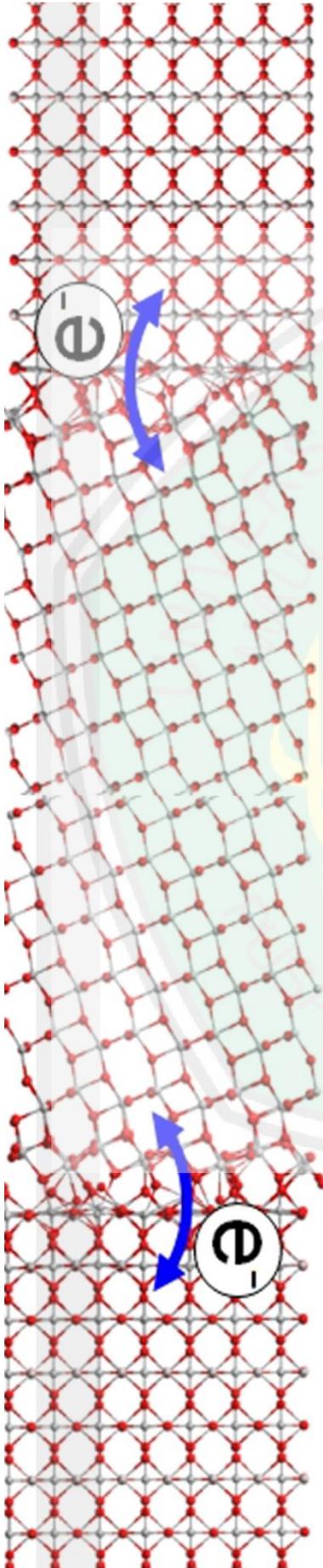
Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, Juni 2014

Yang Membuat Pernyataan,

Mohammad Yusuf
NIM. 10630068



"Lembar Persembahkan"



Karya sederhana ini atas pengorbanan waktu, tenaga dan materi saya persembahkan kepada:

Bapak, Semoga senantiasa di sisi Allah SWT.
Do'a anakmu insyallah tidak akan pernah putus.

Ibu, semoga senantiasa dalam lindungan Allah SWT, dimanapun berada. Terimakasih atas do'a dan dukungannmu. Do'a anakmu insyallah tidak akan pernah putus.

Segenap keluarga dan sanak saudara di Malang. Terimakasih atas doa dan dukungannya.

Segenap keluarga dan sanak saudara di Pamekasan. Terimakasih atas doa dan dukungannya.

Bapak-Ibu dosen UIN Maliki Malang. Terimakasih atas bimbingan dan arahannya.

Teman-teman kimia angkatan 2010, kelas B, dan grup riset anorganik.

Teman-teman alumni SMA Negeri 2 Malang.

Keluarga kedua di kontrakan dan takmir Alhijrah. Terimakasih atas doa dan dukungannya



Motto

لَا يُكَلِّفُ اللَّهُ نَفْسًا إِلَّا وُسْعَهَا

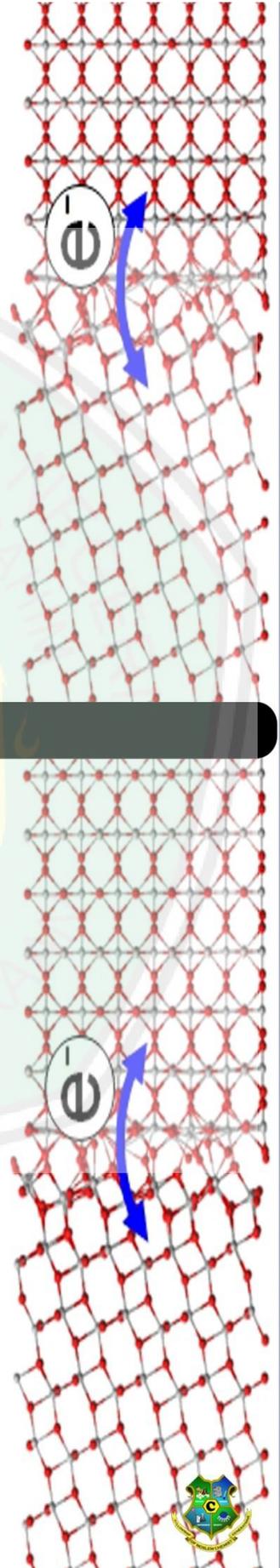
Allah tidak membebani seseorang
melainkan sesuai dengan kesanggupannya
(Q.S Al Baqarah/2 : 286)

Yusuf Ats-Tsiqoh

قال رسول الله صلى الله عليه
وآله وصحبه وسلم (يسروا ولا
تعسروا وبشروا ولا تنفروا).

(رواه البخاري ومسلم)

"Senangkanlah (permudahkanlah) dan jangan susahkan
dan berilah khabar gembira dan jangan berikan khabar buruk
(buatkan orang lari daripadamu)." (H.R Buhkori dan Muslim)



Rutile

Anatase

Rutile

Anatase



KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan hanya kepada Allah SWT, Rabb pemilik dan penguasa alam semesta, karena atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi berjudul “Aktivitas Katalis TiO₂-Zeolit Alam Malang dalam Isomerisasi Glukosa dengan Variasi Waktu dan Suhu Reaksi”.

Penulis menyadari bahwa selama berlangsung penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian skripsi ini tak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu iringan do'a dan ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si
2. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Dr. drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si
3. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si
4. Pembimbing dan Konsultan Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si
5. Bapak-Ibu penguji, Bapak Tri Kustono Adi, M.Sc dan Ibu Diana Candra Dewi, M.Si
6. Penguji agama sekaligus pembimbing agama Ibu Begum Fauziyah, S.Si., M.Farm

7. A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen wali yang telah membimbing penulis sejak awal masa studi
8. Nur Aini, M.Si dan Ahmad Hanapi, M.Sc yang telah membimbing penulis
9. Kedua orang tua tercinta yang dengan sepenuh hati memberikan dukungan dan do'a sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan
10. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan
11. Teman – teman seperjuangan angkatan 2010 Chemist B dan Chemist A Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang banyak membantu, berbagi semangat dan dukungan. Semoga kita semua sukses bersama.

Akhir kata Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Malang, Juni 2014

Penulis

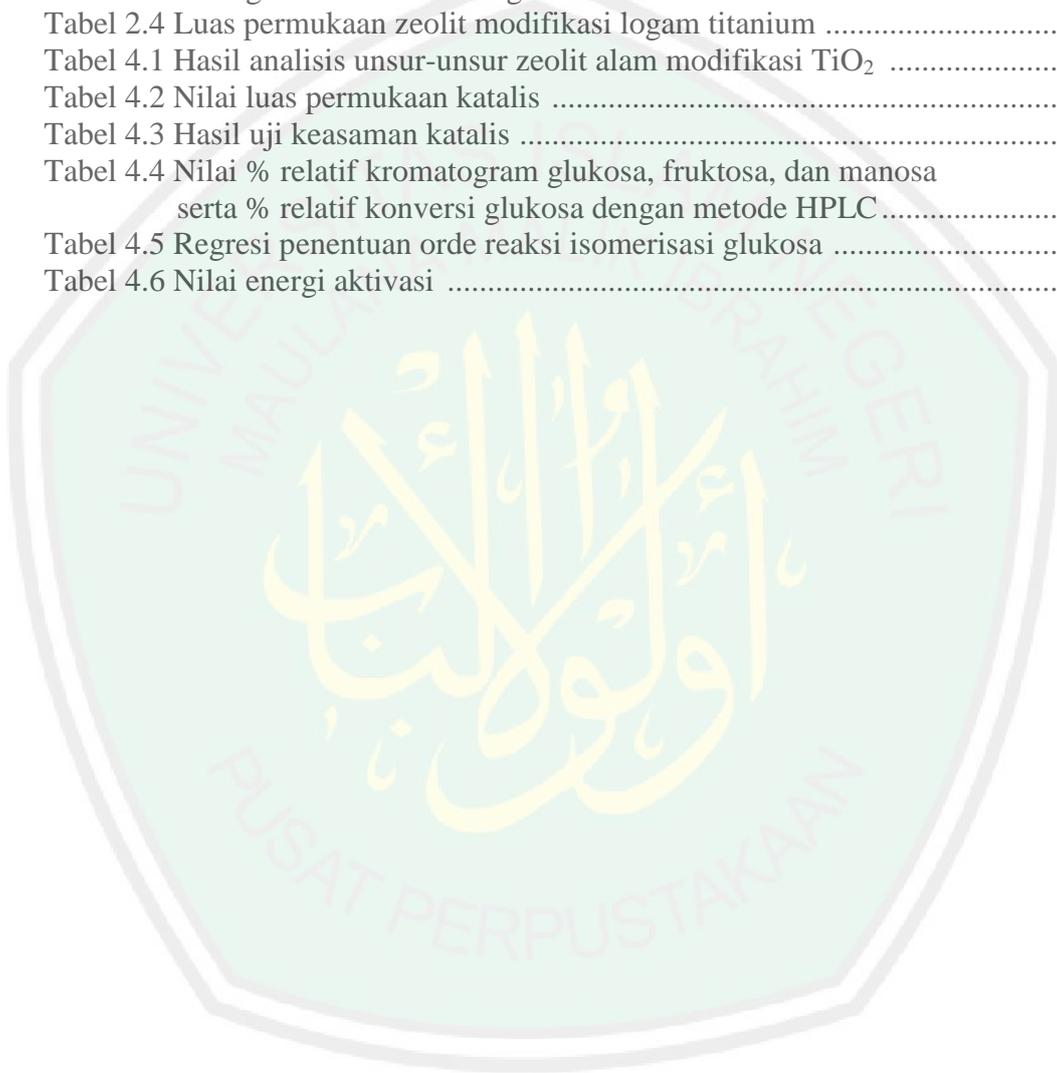
DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
LEMBAR PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan Penelitian	8
1.4 Batasan Masalah	9
1.5 Manfaat Penelitian	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Struktur Kerangka Zeolit	10
2.2 Karakteristik Zeolit Alam	14
2.3 Komposisi Zeolit Alam	15
2.4 Aktivasi Zeolit	18
2.5 Modifikasi Zeolit dengan Dispersi Logam	20
2.6 Isomerisasi Glukosa	22
2.7 Karakterisasi	29
2.7.1 Analisis Struktur dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	29
2.7.2 Analisis Morfologi Permukaan dengan <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Analysis X-Ray</i> (SEM-EDAX)	31
2.7.3 Analisis Luas Permukaan dengan Metode Adsorpsi <i>Methylen Blue</i>	33
2.7.4 Analisis Keasaman Permukaan dengan Adsorpsi Amoniak	34
2.7.5 Analisis Hasil Konversi Glukosa dengan Polarimeter	35
2.7.6 Analisis Hasil Konversi Glukosa dengan <i>High Performance Liquid Chromatographic</i> (HPLC)	36
2.8 Pemanfaatan Zeolit sebagai Katalisator Berdasarkan Perspektif Islam	38

BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	43
3.2 Alat dan Bahan	43
3.2.1 Alat	43
3.2.2 Bahan	43
3.3 Rancangan Penelitian	44
3.4 Tahapan Penelitian	44
3.5 Prosedur Penelitian	45
3.5.1 Preparasi Zeolit Alam	45
3.5.2 Aktivasi Zeolit	45
3.5.3 Modifikasi Zeolit dengan Dispersi TiO ₂	46
3.5.4 Karakterisasi	46
3.5.5 Penentuan Aktivitas Katalitik H-ZA, TiO ₂ -H-ZA, dan TiO ₂ pada Reaksi Isomerisasi Glukosa	50
3.5.6 Analisis Hasil Isomerisasi Glukosa dengan Polarimeter	51
3.5.7 Analisis Hasil Isomerisasi Glukosa dengan HPLC	53
3.6 Teknik Analisis Data	54
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Aktivasi Zeolit	58
4.2 Dispersi TiO ₂ pada Zeolit Alam Teraktivasi	60
4.3 Karakterisasi	62
4.3.1 Analisis Fase Kristal dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	62
4.3.2 Analisis Morfologi dan Kandungan Unsur SEM-EDAX	64
4.3.3 Analisis Luas Permukaan Katalis dengan Metode Adsorpsi <i>Methylen Blue</i>	66
4.3.4 Analisis Keasaman Katalis dengan Adsorpsi Amoniak	74
4.4 Penentuan Aktivitas Katalitik pada Reaksi Isomerisasi Glukosa	
4.4.1 Penentuan Sudut Putar Bidang Polarisasi Spesifik Glukosa dan Spesifik Fruktosa	77
4.4.2 Isomerisasi Glukosa	78
4.4.3 Analisis Hasil Isomerisasi dengan <i>High Performance</i> <i>Liquid Chromatographic</i> (HPLC)	81
4.4.4 Kinetika Reaksi Isomerisasi Glukosa	88
4.5 Pemanfaatan TiO ₂ -Zeolit Alam Malang sebagai Katalis Isomerisasi Glukosa Berdasarkan Perspektif Islam	91
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	94
5.2 Saran	95
DAFTAR PUSTAKA	96
LAMPIRAN	104

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik fisik zeolit alam	14
Tabel 2.2 Hasil analisis XRF kandungan zeolit alam Malang	15
Tabel 2.3 Jenis gula berdasarkan tingkat kemanisan	23
Tabel 2.4 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium	34
Tabel 4.1 Hasil analisis unsur-unsur zeolit alam modifikasi TiO ₂	66
Tabel 4.2 Nilai luas permukaan katalis	73
Tabel 4.3 Hasil uji keasaman katalis	75
Tabel 4.4 Nilai % relatif kromatogram glukosa, fruktosa, dan manosa serta % relatif konversi glukosa dengan metode HPLC	84
Tabel 4.5 Regresi penentuan orde reaksi isomerisasi glukosa	89
Tabel 4.6 Nilai energi aktivasi	91



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Penggabungan satuan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ dan $(\text{SiO}_4)^{4-}$	11
Gambar 2.2 Model unit pembangun primer	12
Gambar 2.3 Satuan pembangun sekunder dalam zeolit	13
Gambar 2.4 Unit pembangun tersier	14
Gambar 2.5 Hasil XRD zeolit alam Malang	16
Gambar 2.6 Struktur Mordenit	17
Gambar 2.7 Bentuk H-zeolit	19
Gambar 2.8 Reaksi isomerisasi gula sederhana	24
Gambar 2.9 Skema representasi isomerisasi glukosa	27
Gambar 2.10 Hasil % konversi glukosa	28
Gambar 2.11 Skema dari berkas sinar X	30
Gambar 2.12 Perbandingan pola XRD zeolit Modifikasi Ti	31
Gambar 3.1 Rangkaian alat isomerisasi glukosa	51
Gambar 4.1 Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit	60
Gambar 4.2 Difraktogram karakterisasi XRD	63
Gambar 4.3 Morfologi TiO_2 -HZA	65
Gambar 4.4 Struktur <i>methylen blue</i>	68
Gambar 4.5 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang <i>methylen blue</i>	68
Gambar 4.6 Waktu kestabilan <i>methylen blue</i>	69
Gambar 4.7 Kurva baku <i>methylen blue</i> konsentrasi 1–8 ppm	70
Gambar 4.8 Pola hubungan <i>methylen blue</i> teradsorpsi dengan waktu kontak ...	72
Gambar 4.9 Sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa dan fruktosa	77
Gambar 4.10 Hasil konversi glukosa pada ketiga jenis katalis metode polarimeter	79
Gambar 4.11 Kromatogram HPLC standar dan sampel dengan katalis	83
Gambar 4.12 Skema representasi isomerisasi glukosa	86
Gambar 4.13 Dugaan reaksi isomerisasi glukosa menggunakan katalis zeolit modifikasi TiO_2	88

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	104
Lampiran 2 Preparasi Reagen	112
Lampiran 3 Data dan Perhitungan	115
Lampiran 4 Data Mentah Karakterisasi	143
Lampiran 5 Domentasi Penelitian	171



ABSTRAK

Yusuf, M. 2014. **Aktivitas Katalis TiO₂-Zeolit Alam Malang dalam Isomerisasi Glukosa dengan Variasi Waktu dan Suhu Reaksi**. Skripsi. Jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Begum Fauziyah, S.Si., M.Farm; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci : Zeolit Alam Malang, TiO₂, Isomerisasi Glukosa, Fruktosa

Fruktosa merupakan isomer glukosa yang banyak digunakan secara komersial di industri makanan dan minuman, karena mempunyai rasa manis yang relatif tinggi dan indeks glikemik yang rendah. Isomerisasi glukosa dapat dilakukan dengan katalis. Allah berfirman dalam surat Shaad ayat 27, bahwa tidak ada satupun yang diciptakan oleh Allah di langit, di bumi dan diantara keduanya dengan sia-sia, seperti halnya zeolit alam Malang sebagai katalis. Aktivitas katalis zeolit alam dapat ditingkatkan dengan aktivasi dan pengembunan TiO₂. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui keasaman, luas permukaan, dan aktivitas katalis zeolit aktivasi (H-ZA), zeolit terdispersi TiO₂ (TiO₂-HZA) dan TiO₂, serta pengaruh variasi waktu dan suhu dalam reaksi tersebut.

Zeolit alam diaktivasi menggunakan NH₄NO₃ 2 M, sehingga dihasilkan H-zeolit. TiO₂ 0,2 M didispersikan pada H-zeolit dengan metode hidrotermal dan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam. Uji aktivitas katalis dilakukan pada reaksi isomerisasi glukosa dengan variasi waktu reaksi 0, 1, 2, 3, dan 4 jam, pada suhu 110 °C, 120 °C, dan 130 °C. Karakterisasi katalis meliputi kristalinitas dengan XRD, morfologi dan kandungan unsur dengan SEM-EDAX, luas permukaan dengan adsorpsi *methylen blue*, dan keasaman total dengan adsorpsi amoniak. Hasil isomerisasi dianalisis menggunakan metode polarimeter, hasil terbaik polarimeter dianalisis dengan HPLC.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan zeolit alam tidak mengalami perubahan struktur, namun perubahan intensitas akibat penambahan TiO₂. Analisis SEM-EDAX menunjukkan bahwa TiO₂ telah terdispersi pada zeolit alam. Keasaman katalis H-ZA, TiO₂-HZA, dan TiO₂ berturut-turut adalah sebesar 2,3144; 2,7007 dan 1,2186 mmol/g, sedangkan luas permukaan adalah 11,4229; 11,5843; dan 9,5751 m²/gram. Aktivitas katalis TiO₂-HZA lebih baik daripada katalis TiO₂ dan H-ZA dengan konversi sebesar 45,57 %. Suhu dan waktu reaksi berpengaruh pada reaksi isomerisasi glukosa. Hasil konversi terbaik yaitu pada perlakuan suhu 120 °C, waktu 4 jam dengan katalis TiO₂-HZA.

ABSTRACT

Yusuf, M. 2014. **Catalytic Activity of TiO₂-Natural Zeolite of Malang on Isomerization of Glucose with Variation of Reaction Time and Temperature**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Begum Fauziyah, S.Si., M.Farm; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords : Natural zeolite of Malang, TiO₂, Isomerization of glucose, fructose.

Fructose is isomer of glucose which is used commercially in food and beverage industry due to its high relative sweetness and lower glycemic index. Isomerization of glucose can be conducted by catalytic process using zeolite as catalyst, for example Natural zeolite of Malang. Potential of natural zeolite as a catalyst can be optimized by activation and modification with dispersing TiO₂. The aims of this research were to know acidity, surface area, and catalytic activities of activated zeolite (H-ZA), TiO₂ dispersed zeolite (TiO₂-HZA), TiO₂ and the influence of variation of reaction time and temperature.

Natural zeolite was activated by using NH₄NO₃ 2 M to produce H-zeolite. TiO₂ 0,2 M was dispersed on H-zeolite by hydrothermal method, then calcined at 500 °C for 4 hours. Catalytic activity assay was carried out on isomerization of glucose using variation of reaction time (1, 2, 3 and 4 hours) and temperature (110 °C, 120 °C, and 130 °C.). The characterization of Crystallinity was performed by XRD, morphology and element content analyses by SEM-EDAX, surface area measurement by adsorption of methylen blue method, and total acidity by adsorption of ammonia. The isomerization's result was analyzed by polarimetry method and the best result was analyzed by HPLC.

The result of XRD characterization showed that the structure of zeolite did not change because dispersed TiO₂, but the intensity was added. TiO₂ had been dispersed on zeolite as the result of SEM-EDAX. Total acidity of zeolite (H-ZA), TiO₂ dispersed zeolite (TiO₂-HZA) and TiO₂ were 2.3144; 2.7007 and 1.2186 mmol/g, respectively. Their surface area were 11.4229; 11.5843; and 9.5751 m²/gram, respectively. The best catalytic activity was performed by TiO₂-HZA, the conversion is 45.57 %. Reaction time and temperature influenced isomerization glucose. The best conversion was obtained by TiO₂-HZA catalyst at temperature 120 °C for 4 hours.

مستخلص البحث

يوسف ، محمد . ٢٠١٤ . نشاط الحفزات TiO_2 - زيوليت الطبيعي مالانج في تفاعل ايزوميرة الغلوكوز فعل الاختلافات مع الوقت و درجة الحرارة. البحث. القسم الكيمياء ، الكلية العلمية و التكنولوجيا التابعة . الجامعة الحكيمية الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج . المشرفة الأولية : سوجي أماليا الماجستير ؛ المشرفة الثانية : بكوم فوزية الماجستير ؛ مستشارة : سوسي نور الخليفة الماجستير

الكلمات الرئيسية : الزيوليت الطبيعي مالانج ، TiO_2 ، ايزوميرة الغلوكوز ، الفركتوز.

الفركتوز هو آيزومور الغلوكوز الذي يستخدم على نطاق واسع تجاريا في صناعة الأغذية والمشروبات، لأنه يحتوي على حلوة عالية نسبيا و مؤشر نسبة السكر في الدم منخفضة. المماكية الغلوكوز يمكن القيام بها مع محفز. قال الله تعالى في سورة ص الآية ٢٧ (وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بِنَظْلٍ) وكذلك الزيوليت المعدنية الطبيعية . مالانج الزيوليت الطبيعي استخدمها لكثير من المميزات ، فواصل ، المبادلات الأيونية و المواد الحفازة. ينبغي بذل الجهود ل تحقيق أقصى قدر من النشاط الزيوليت هو من خلال تفعيل وتعديل الناقل TiO_2 . وكان الغرض من هذه الدراسة لتحديد الحموضة، مساحة السطح، و الزيوليت محفز تفعيل النشاط (H-ZA) ، الزيوليت فرقت TiO_2 (TiO₂-HZA) و TiO_2 ، فضلا عن تأثير الوقت ودرجة الحرارة الاختلافات في رد الفعل.

ثم تفعيل الزيوليت الطبيعي بنسبة NH_4NO_3 ٢ مولارا ، بحيث ينتج زيولايت H- . كان TiO_2 فرقت في زيولايت H- مع تركيز ٠,٢ مولارا . الطريقة المستخدمة في المياه الحارة و التخليص في ٥٠٠ م° لمدة ٤ ساعات . إجراء اختبار النشاط المحفز على رد فعل المماكية الجلوكون مع مرور الوقت الاختلاف من ٠، ١، ٢، ٣، و ٤ ساعات في درجة حرارة ١١٠ م° ، ١٢٠ م° ، و ١٣٠ م° . توصيف المواد الحفازة تشمل التبلور بواسطة XRD ، مورفولوجيا و المحتوى العنصري من SEM-EDAX ، مع مساحة سطح الامتصاص من الميثيلين الأزرق ، و الحموضة الكلية عن طريق الأمونيا الامتزاز. وقد تم تحليل النتائج باستخدام أساليب الإستقطاب المماكية ، وقد تم تحليل الإستقطاب أفضل النتائج من خلال HPLC .

تظهر النتائج توصيف XRD لا يغير هيكل الزيوليت الطبيعي ، ولكن التغير في كثافة بسبب إضافة TiO_2 . وأظهر تحليل SEM-EDAX أن TiO_2 تم تفريق على الزيوليت الطبيعي. حموضة المحفز TiO_2 -HZA ، H-ZA و TiO_2 بلغت على التوالي إلى ٢,٣١٤٤؛ ٢,٧٠٠٧؛ و ١,٢١٨٦ مليمول/جراما ، في حين أن سطح واسع هو ١١,٤٢٢٩؛ ١١,٥٨٤٣؛ و ٩,٥٧٥١ م^٢/جراما . النشاط التحفيزي من TiO_2 -HZA أفضل من المحفزات TiO_2 و H-ZA مع تحويل ٤٥,٥٧ % . درجة الحرارة و تأثير رد الفعل الوقت على المماكية من الجلوكون. النتائج أفضل التحويل أن درجة حرارة ١٢٠ م° علاج ، والوقت ٤ ساعات مع محفز TiO_2 -HZA .

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Gula merupakan salah satu kebutuhan pokok masyarakat dalam kehidupan sehari-hari, terutama perannya sebagai pemanis maupun sebagai bahan tambahan dalam proses produksi industri makanan dan minuman. Gula yang umum dipakai adalah gula tebu (sukrosa). Penggunaan pemanis dalam industri lebih memilih tingkat kemanisan yang tinggi untuk meminimalisir biaya produksi seperti gula sintetis (misalnya: sakarin, natrium siklamat dan aspartam). Pemanis buatan meskipun memiliki tingkat kemanisan yang tinggi cenderung lebih beresiko dari pada pemanis alami. Permasalahan ini dapat diatasi dengan menggunakan alternatif bahan pemanis alami lain seperti fruktosa.

Keunggulan fruktosa yaitu memiliki tingkat kemanisan (*relative sweetness*) 2,5 kali lebih besar dibanding glukosa dan 1,4-1,8 kali lebih besar dibanding gula sukrosa. Fruktosa juga memiliki indeks glikemik (efek meningkatkan gula darah) lebih rendah 32 ± 2 dibanding glukosa 138 ± 4 , sedangkan sukrosa memiliki indeks glikemik sebesar 87 ± 2 (Silaban, 2010). Oleh karena itu fruktosa banyak digunakan untuk penderita diabetes dan obesitas. Fruktosa menurut *United States Food and Drug Administration* (FDA) adalah gula tergolong aman (*Generally Recognized as Safe-GRAS*) (Barclay, dkk., 2012).

Manfaat lain fruktosa tidak hanya dalam industri makanan atau minuman. Fruktosa sebagai bahan awal dalam sintesis hidrometil fulfural (HMF). Produk ini sangat penting dalam produksi bio-energi sebagai alternatif untuk petrokimia. HMF adalah prekursor penting dalam produksi bahan kimia, produksi polimer, dan produksi biofuel. Fruktosa juga digunakan dalam bidang farmasi sebagai eksipien dalam tablet, sirup dan larutan infus (Barclay, dkk., 2012).

Fruktosa dapat diisolasi dari madu dan buah-buahan yang rasanya manis. Kandungan paling dominan adalah apel, jeruk, anggur, dan semangka (Barclay, dkk., 2012). Namun jumlah fruktosa ini sangatlah terbatas untuk memenuhi kebutuhan masyarakat maupun industri. Fruktosa juga dapat dihasilkan dari pati pada tepung tapioka, sagu, pati jagung, dan pati umbi-umbian (Paramitha, 2010). Proses pembuatan fruktosa dari pati yaitu melalui hidrolisis pati menjadi glukosa kemudian dilanjutkan dengan konversi glukosa menjadi fruktosa dengan bantuan enzim yang disebut isomerase (Mahreni, 2004). Fruktosa dapat diisomerisasi dari glukosa karena dua monosakarida ini adalah pasangan isomer (Gultom, 2001).

Produksi fruktosa pada reaksi isomerisasi glukosa yaitu dengan bantuan katalis. Katalis yang digunakan umumnya adalah biokatalitik. Penggunaan biokatalitik untuk konversi glukosa menjadi fruktosa merupakan proses terbesar yang banyak digunakan di dunia. Reaksi isomerisasi dikatalisis oleh enzim amobil atau xilosa isomerase. Gaily, dkk. (2010) menggunakan katalis enzim *Sweetzyme IT* yang diimmobilisasi dengan hasil konversi glukosa 40 %. Konversi glukosa menjadi fruktosa 42 % juga telah dihasilkan menggunakan enzim isomerase (Zhang, dkk., 2004). Proses enzimatik sangat selektif, tetapi memiliki beberapa

kelemahan yaitu biaya pengolahan yang tinggi, memerlukan larutan penyangga untuk mempertahankan pH, operasi suhu yang terbatas, membutuhkan tingkat kemurnian tinggi, dan penggantian enzim secara periodik karena adanya *irreversible deactivation* (Leshkov, dkk., 2010). Katalis lain yang dapat digunakan untuk reaksi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa adalah katalis heterogen yaitu katalis anorganik.

Katalis anorganik telah banyak dikembangkan untuk mengatasi kekurangan dari penggunaan enzim. Katalis anorganik memiliki beberapa kelebihan diantaranya lebih murah dibandingkan dengan katalis biologi, dapat beroperasi secara efektif dalam lingkungan yang sangat asam, mudah diregenerasi dan bekerja pada berbagai temperatur (Situmeang dan Fransisca, 2011). Katalis anorganik zeolit yang banyak digunakan untuk reaksi isomerisasi glukosa adalah zeolit sintetik.

Penggunaan zeolit sintetik sebagai katalis anorganik memiliki selektifitas yang cukup besar pada isomerisasi glukosa menjadi fruktosa. Penelitian Lourvanij (1991) reaksi glukosa dengan katalis H-Y zeolit konversi glukosa sebesar 58 %. Penelitian Moreau, dkk. (2000) menggunakan zeolit sintetik NaA, NaX, dan NaY menghasilkan konversi glukosa 10-20 % dengan selektivitas fruktosa berturut-turut 72, 86 dan 62 %. Sedangkan pada penelitian Moliner, dkk. (2010) menggunakan logam Ti yang didispersi pada zeolit sintetik Beta dan MCM-41 menghasilkan konversi glukosa secara berturut-turut 50 dan 23 % serta selektivitas fruktosa 45 dan 28 %. Penggunaan zeolit sintetik memiliki kelemahan karena harganya yang mahal dan sulit didapat, sehingga zeolit alam dapat menjadi

solusi sebagai pengganti karena keberadaannya yang melimpah, murah dan pemanfaatannya yang belum optimal. Allah berfirman dalam surat Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ
كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, Maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (QS. Shaad/38: 27).

Menurut tafsir *Al-Mishbah*, ayat ini merupakan petunjuk Allah kepada manusia bahwa langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya seperti udara, mineral alam dan lain-lain yaitu segala ciptaan Allah tidak ada yang sia-sia tanpa hikmah. Pernyataan itu adalah hanya anggapan orang kafir belaka (Shihab, 2002). Menurut tafsir *An-Nuur*, kata (باطلا) *bathilan* dapat berarti sia-sia tanpa tujuan, atau dengan permainan (لاعيبين) pada surat ad-Dukhan ayat 38. Surat al-Hijr ayat 85 juga dijelaskan bahwa penciptaan langit dan bumi dan diantara keduanya menggunakan kata (الابالحق) artinya melainkan dengan benar, hal ini juga terdapat pada surat al-Jatsiyah ayat 22 bahwa Allah menciptakan langit dan bumi dengan tujuan yang benar (بالحق) (ash-Shiddieqy, 2000). Berdasarkan ayat tersebut dapat dijelaskan bahwa Allah menciptakan sesuatu di bumi, di langit dan apa yang ada diantara keduanya sesungguhnya tidak ada yang sia-sia dan memiliki tujuan yang benar, seperti pada zeolit alam akan memberikan pemanfaatan yang optimal jika dilakukan pengolahan secara tepat.

Zeolit alam banyak dimanfaatkan diantaranya untuk adsorben, dehidrasi, separator, penukar ion dan katalis (Saputra, 2006). Zeolit alam sangat melimpah keberadannya di Indonesia. Salah satu daerah sebagai penghasil tambang zeolit alam adalah Kabupaten Malang. Kandungan mineral zeolit alam Malang sebanyak 4,8 juta ton yang belum dimanfaatkan dan belum ada penanganan yang jelas (Setiadi dan Astri, 2007). Botianovi (2012) melaporkan bahwa zeolit alam asal Malang banyak mengandung mineral jenis mordenit yang relatif tinggi sebesar 55–85 %. Mordenit merupakan mineral zeolit dengan rumus empiris $(Ca,Na_2,K_2)Al_2Si_{10}O_{24}.7(H_2O)$. Zeolit alam jenis mordenit mempunyai tingkat keasaman yang cukup tinggi. Keasaman yang tinggi dapat meningkatkan stabilitas termal dan kekuatan asam yang sangat berpengaruh pada proses konversi katalitik senyawa organik (Setiadi dan Dariyus, 2006), sehingga dari sifat ini zeolit alam Malang dapat dimanfaatkan sebagai katalis.

Penggunaan zeolit alam sebagai katalis masih memiliki kelemahan antara lain distribusinya tidak merata, mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit (Lestari, 2010). Upaya yang dapat dilakukan adalah aktivasi dan modifikasi. Aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan cara aktivasi asam. Aktivasi asam berguna sebagai pertukaran ion pada zeolit khususnya ion logam alkali/alkali tanah (Suharto, dkk., 2007).

Modifikasi zeolit dapat dilakukan dengan berbagai cara, salah satunya adalah dispersi dengan menggunakan logam aktif sebagai pengemban. Susgadarsukawati, dkk. (2012) melaporkan bahwa logam-logam yang

diembankan ke dalam zeolit akan menyebabkan luas permukaan relatif besar yang pada akhirnya akan memperbesar luas kontak antara katalis dan reaktan, sehingga reaksi berjalan cepat dengan produk lebih besar. Nugrahaningtyas, dkk. (2009) menambahkan pengembanan logam mampu menyumbangkan situs asam Lewis sehingga memberikan kontribusi dalam meningkatkan keasaman zeolit modifikasi dan aktivitas katalis menjadi lebih besar. Logam murni sendiri dapat bersifat sebagai katalis namun penggunaan logam murni memiliki beberapa kesulitan antara lain katalis logam murni memiliki stabilitas termal yang rendah, mudah mengalami perubahan luas permukaan akibat pemanasan dan mudah terjadi *sintering* (penggumpalan) (Setyawan, 2002 dalam Hidayah, 2007). Zeolit yang didispersi dengan logam dapat memperpanjang waktu pakai katalis, meningkatkan luas permukaan dan menjadikan logam dan zeolit sebagai katalis bifungsional. Logam-logam seperti Cr, Ni dan Ti dapat digunakan sebagai logam pengembanan (Suharto, dkk., 2007).

Titanium oksida (TiO_2) lebih banyak digunakan sebagai logam pendispersi pada zeolit alam. TiO_2 mempunyai sifat tidak beracun, stabil terhadap cahaya, mudah didapat, serta mempunyai kestabilan kimia yang baik dalam kondisi semua reaksi (Hasibuan, 2012). Rianto (2012) melakukan penelitian dispersi TiO_2 pada zeolit alam dengan konsentrasi 0,1; 0,2; dan 0,3 M. Hasil terbaik luas permukaan dan keasaman adalah 0,2 M. Peningkatan konsentrasi menambah luas permukaan dan keasaman, namun pada konsentrasi 0,3 M menurun karena logam menutupi pori zeolit dan terjadi *sintering*. Erlynata (2013) telah melakukan penelitian isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dengan menggunakan zeolit terdispersi TiO_2

konsentrasi 0,2 M dengan menggunakan suhu 110 °C dan variasi waktu reaksi 30, 60, 90, 120 menit. Hasil terbaik konversi glukosa selama 120 menit sebesar 22,09 %.

Berdasarkan penelitian tersebut konversi glukosa menjadi fruktosa tidak begitu baik dibandingkan penggunaan biokatalis dan katalis anorganik (zeolit sintetik) pada penelitian sebelumnya, sehingga diperlukan adanya peningkatan variasi waktu dan suhu reaksi isomerisasi yang akan memberikan pengaruh pada konversi glukosa dan selektivitas fruktosa. Lourvanij (1991) melakukan penelitian reaksi glukosa dengan katalis H-Y zeolit variasi reaktan, kecepatan pengadukan, waktu dan suhu reaksi. Variasi waktu dilakukan pada 1-24 jam, peningkatan waktu memberikan konversi glukosa dan selektivitas fruktosa semakin tinggi. Variasi suhu dilakukan pada 100-130 °C, peningkatan suhu diikuti peningkatan konversi glukosa. Suhu antara 110-120 °C adalah suhu terbaik selektivitas fruktosa. Waktu di atas 6 jam dan suhu tinggi selektivitas fruktosa berkurang karena adanya peningkatan selektivitas hidrometil fulfural, asam levulinat dan asam format.

Berdasarkan penjelasan di atas, zeolit alam dilakukan dispersi TiO₂ dengan konsentrasi 0,2 M. Analisa fasa kristal zeolit aktivasi, zeolit terdispersi TiO₂, dan TiO₂ dilakukan karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Analisa morfologi permukaan zeolit terdispersi TiO₂ dan kandungan unsur-unsurnya dilakukan dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDAX). Analisa luas permukaan menggunakan adsorpsi *methylen blue*, dan analisa keasaman dengan gravimetri adsorpsi amoniak. Zeolit aktivasi, zeolit

terdispersi TiO_2 , dan TiO_2 diuji pada reaksi isomerisasi glukosa dengan variasi waktu pada 0, 1, 2, 3 dan 4 jam. Variasi suhu yaitu $110\text{ }^\circ\text{C}$, $120\text{ }^\circ\text{C}$, dan $130\text{ }^\circ\text{C}$. Adanya variasi ini diharapkan hasil konversi glukosa semakin meningkat. Hasil konversi isomerisasi glukosa didapatkan melalui metode polarimeter dan selektivitas fruktosa dikarakterisasi dengan *High Performance Liquid Chromatographic* (HPLC).

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa keasaman dan luas permukaan katalis H-zeolit alam, TiO_2 -H-zeolit alam, dan TiO_2 ?
2. Bagaimana aktivitas katalis H-zeolit alam, TiO_2 -H-zeolit alam, dan TiO_2 dalam reaksi isomerisasi glukosa?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu dan suhu terhadap hasil isomerisasi glukosa?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui keasaman dan luas permukaan katalis H-zeolit alam, TiO_2 -H-zeolit alam, dan TiO_2
2. Mengetahui aktivitas katalis H-zeolit alam, TiO_2 -H-zeolit alam Malang dan TiO_2 dalam reaksi isomerisasi glukosa
3. Mengetahui pengaruh variasi waktu dan suhu terhadap hasil isomerisasi glukosa

1.4 Batasan Masalah

1. Zeolit alam yang digunakan berasal dari daerah Sumbermanjing Wetan Kabupaten Malang
2. Logam pengemban yang digunakan untuk dispersi zeolit alam adalah senyawa TiO_2 anatase.
3. Glukosa yang digunakan yakni glukosa monohidrat
4. Karakterisasi yang dilakukan adalah penentuan fase kristal dengan XRD, keasaman dengan metode adsorpsi amoniak, luas permukaan dengan adsorpsi *methylen blue*, morfologi dan kandungan unsur dengan SEM-EDAX
5. Penentuan hasil isomerisasi glukosa dengan polarimeter, dan HPLC.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi mengenai kajian pengembangan zeolit alam yang belum dimanfaatkan secara optimal dengan cara aktivasi dan modifikasi zeolit.
2. Memberikan informasi kajian modifikasi zeolit alam melalui dispersi TiO_2 sebagai katalis dalam isomerisasi glukosa menjadi fruktosa atau sebagai katalis pada aplikasi lainnya.
3. Konversi glukosa menjadi fruktosa dapat dijadikan alternatif bahan pemanis lain pengganti gula yang baik bagi kesehatan. Fruktosa juga dapat diaplikasikan dalam bidang farmasi serta sebagai bahan alternatif dalam produksi petrokimia.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Struktur Kerangka Zeolit

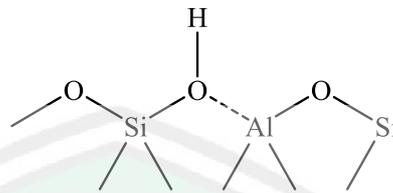
Mineral zeolit dikenal sejak tahun 1755 oleh seorang mineralogi berkebangsaan Swedia yang bernama Freherr Axel Cronsted. Zeolit berasal dari bahasa Yunani, *zhein* yang berarti mendidih dan *lithos* yang berarti batuan. Zeolit didefinisikan sebagai batuan yang mendidih karena dehidrasi molekul air yang dikandung di dalamnya apabila zeolit dipanaskan. Zeolit memiliki struktur berongga-berongga dengan cairan di dalamnya yang mudah lepas sehingga memungkinkan zeolit mempunyai sifat khusus yaitu mampu melakukan pertukaran kation, mampu menyerap senyawa kimia tertentu (sebagai adsorben) dan mampu bertindak sebagai katalisator (Rohatin, 2011).

Rumus umum yang didefinisikan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) untuk zeolit adalah : $M_{x/m} [(AlO_2)_x (SiO_2)_y] \cdot w H_2O$. Kation M dengan valensi m menetralkan muatan negatif pada kerangka aluminosilikat, dimana x dan y adalah bilangan tetrahedral $[AlO_4]^{5-}$ dan $[SiO_4]^{4-}$ dan w adalah bilangan mol dari molekul air yang dapat dihilangkan dengan pemanasan tanpa mengakibatkan perubahan dalam struktur kerangka. Perbandingan y/x biasanya antara 1 sampai 5, tetapi bisa mencapai 10 sampai 100 untuk zeolit dengan kandungan silika yang tinggi (Breck, 1974).

Struktur zeolit tersusun dari unit-unit berulang terkecil berupa tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 . Ikatan antar tetrahedral terbentuk dengan pemakaian bersama

atom oksigen oleh dua tetrahedral (*sharing* atom O), sehingga setiap tetrahedral akan berikatan dengan 4 tetrahedral lainnya karena adanya *sharing* atom O maka kerangka 3 dimensi zeolit sedikit terbuka sehingga membentuk pori ataupun rongga. Zeolit tersusun atas substitusi parsial Si^{4+} dan Al^{3+} yang menyebabkan zeolit bermuatan negatif yang umumnya diseimbangkan dengan molekul air dan kation-kation. Kation alkali dan alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , dan lainnya mempunyai mobilitas yang cukup baik untuk menyeimbangkan muatan negatif dalam zeolit. Kation-kation ini bergerak bebas dalam zeolit dan dikelilingi oleh molekul air sehingga mudah untuk menggantikan kation ini dengan kation lainnya tanpa merusak kerangka zeolit (Dutta, 2000).

Perbandingan Al:Si dalam suatu zeolit akan menentukan kerapatan muatan di dalam kristal. Jika perbandingan besar maka dalam struktur kerapatan muatan akan tinggi, molekulnya polar dan kemampuan untuk mengikat molekul besar akan bertambah, dengan kata lain kapasitas tukarnya tinggi (Komar, 1985). Perbandingan Si/Al dalam zeolit minimum 1, dengan setiap atom aluminium berikatan dengan empat atom silikon yang dihubungkan oleh atom oksigen. Oleh karena itu, tidak ada ikatan Al–O–Al dalam struktur, hanya ikatan Al–O–Si dan Si–O–Si yang stabil. Selain itu kandungan aluminium juga berkaitan dengan sifat keasaman dari zeolit. Kehadiran $(\text{AlO}_4)^{5-}$ menyebabkan kerangka zeolit bermuatan negatif. Penggabungan satuan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ dan $(\text{SiO}_4)^{4-}$ ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Penggabungan satuan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ dan $(\text{SiO}_4)^{4-}$
(Smart dan Moore, 1993)

Secara garis besar klasifikasi kerangka dasar pembangun zeolit dibagi menjadi tiga yaitu:

a. Unit pembangun primer (*Primary Building Units, PBU*)

Unit pembangun primer merupakan unit dasar dan terkecil penyusun zeolit yang terdiri dari SiO_4 dan AlO_4 . Unit ini merupakan kerangka yang paling stabil yang tersusun dari Si dan Al pada pusat tetrahedral dan atom O pada keempat sudut tetrahedral. Model unit pembangun primer ditunjukkan pada Gambar 2.2.

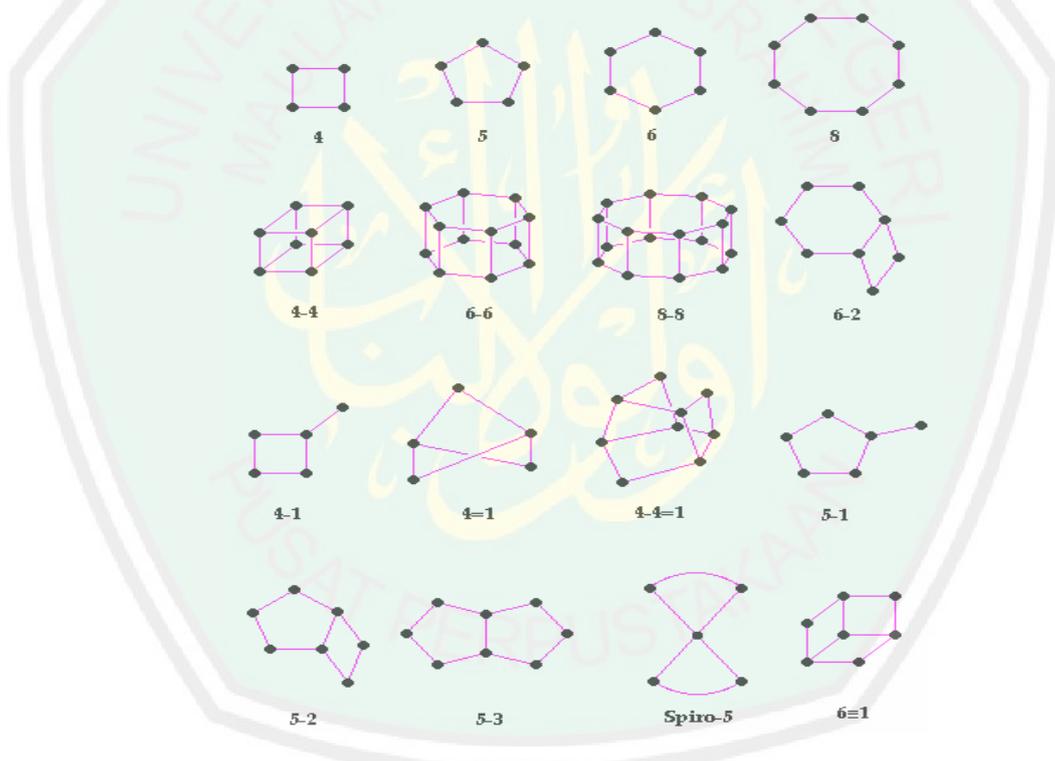


Gambar 2.2 Model unit pembangun primer
(Rakhmatullah, dkk., 2007)

b. Unit pembangun sekunder (*Secondary Building Units, SBU*)

Unit pembangun sekunder merupakan gabungan beberapa unit primer yang bergabung dengan menggunakan atom sebagai sudut dua tetrahedral membentuk cincin ganda dengan 4, 5, 6, 7, dan 8 tetrahedral. Tetrahedron TO_4 (T = Si atau Al) merupakan unit pembangun primer (*Primary Building Units*,

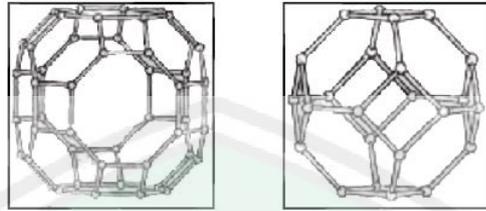
PBU) yang dapat digabungkan dengan berbagai cara untuk membentuk unit pembangun sekunder (*Secondary Building Units*, SBU). Contohnya struktur cincin-4 (dibangun oleh 4 unit TO_4), ganda cincin-4 (dibangun oleh dua cincin-4) dan sebagainya. Penomoran SBU dihubungkan dengan jumlah ikatan tetrahedron TO_4 . Beberapa unit pembangun sekunder (SBU) ditunjukkan dalam Gambar 2.3 (Baerlocher, 2001).



Gambar 2.3 Satuan pembangun sekunder dalam zeolit (Baerlocher, 2001)

c. Unit pembangun tersier

Unit pembangun tersier merupakan gabungan dari beberapa unit sekunder yang saling berikatan membentuk suatu polihedral yang merupakan struktur kristal zeolit. Contoh unit pembangun tersier ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Unit pembangun tersier (Rakocozy, 2004 dalam Rohatin, 2011)

2.2 Karakteristik Zeolit Alam

Zeolit alam terbentuk dari abu vulkanik yang telah mengendap jutaan tahun silam (Sutarti, 1994). Zeolit alam adalah jenis mineral yang biasanya ditemukan dalam lubang-lubang batuan lava basalt (*traps rock*) dan batuan sedimen piroklastik berbutir halus (*tuff*). Zeolit di alam bercampur dengan mineral lain seperti felspar, sodalit, naphelit, dan leusit. Kristal-kristalnya terbentuk dari proses hidrotermal yang melibatkan reaksi antara larutan garam atau dengan aliran lava (Barrer, 1982). Ada tujuh jenis zeolit alam yang memiliki nilai komersial yaitu *Clinoptilolite*, *Chabazite*, *Modernite*, *Phillipsite*, *Erionite*, *Analcime*, dan *Ferrierite*. Karakteristiknya diperlihatkan pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Karakteristik fisik zeolit alam

Jenis	Porositas (%)	Stabilitas panas	Kapasitas tukar kation (meq/g)	Spesifikasi gravitasi (g/cm^3)	<i>Bulk densitas</i> (g/cm^3)
Analsim	18	Tinggi	4,54	2,24-2,29	1,85
Kabazit	47	Tinggi	3,84	2,05-2,10	1,45
Klinoptilotit	34	Tinggi	2,16	2,15-2,25	1,15
Erionit	35	Tinggi	3,12	2,02-2,08	1,51
Heulandit	39	Rendah	2,91	2,18-2,20	1,69
Mordenit	28	Tinggi	4,29	2,12-2,15	1,70
Filipsit	31	Sedang	3,31	2,15-2,20	1,58

Sumber: Polat, dkk., (2004).

Struktur zeolit alam berupa struktur yang kompleks yaitu merupakan polimer kristal anorganik didasarkan kerangka tetrahedral yang diperluas tak terhingga dari AlO_4 dan SiO_4 dan dihubungkan satu dengan lainnya melalui pembagian bersama ion oksigen. Struktur kerangka ini mengandung rongga yang diisi oleh kation dan molekul air. Kation aktif bergerak dan umumnya bertindak sebagai ion yang dipertukarkan. Air dapat dihilangkan secara reversibel yang secara umum dilakukan dengan pemberian panas (Sari, 2009).

2.3 Komposisi Zeolit Alam

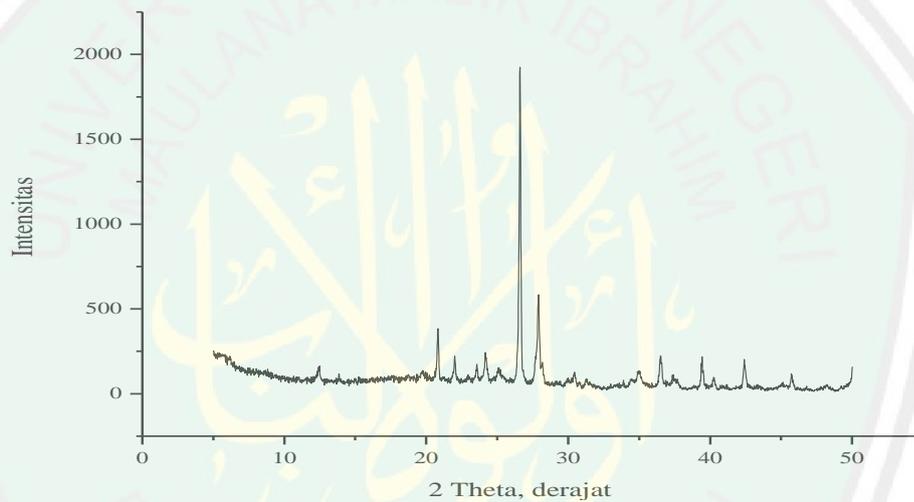
Komposisi kimia zeolit bergantung pada komposisi hidrotermal lingkungan lokal seperti suhu, tekanan uap air setempat dan komposisi air tanah kejadiannya. Hal ini menjadikan zeolit dengan warna dan tekstur yang sama mungkin berbeda komposisi kimianya jika diambil dari daerah yang berbeda, karena adanya kombinasi dengan mineral yang berupa partikel halus dan pengotor lainnya (Iskandar, 2008). Komposisi kimia zeolit alam Malang berdasarkan hasil *X-Ray Fluoresence* (XRF) ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Hasil analisis XRF kandungan zeolit alam Malang

Senyawa	% Berat	Senyawa	% Berat
Al	13	Mn	1,27
Si	49,9	Fe	25,3
S	0,31	Ni	0,04
K	3,74	Cu	0,097
Ca	4,26	Zn	0,33
Ti	1,28	Eu	0,3
V	0,04	Re	0,08
Cr	0,064	Pb	0,23

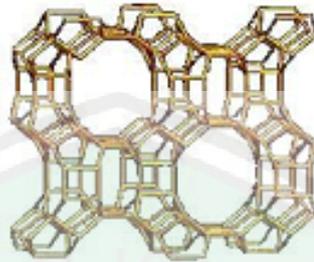
Sumber: Botianovi (2012)

Tabel 2.2 menunjukkan bahwa penyusun utama zeolit alam Malang adalah Si dan Al. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa zeolit alam Malang memiliki kandungan utama jenis mordenit. Puncak khas mordenit berada pada rentang sudut difraksi (2θ) antara $20-45^\circ$ seperti ditunjukkan oleh difraktogram hasil XRD pada Gambar 2.5



Gambar 2.5 Hasil XRD zeolit alam Malang (Botianovi, 2012)

Zeolit alam Malang banyak mengandung zeolit jenis mordenit. Zeolit alam ini memiliki luas permukaan dan ukuran pori yang relatif besar dibandingkan dengan zeolit alam lainnya (Zulfa, 2011). Mordenit merupakan mineral zeolit yang langka, dengan rumus empiris $(Ca,Na_2,K_2)Al_2Si_{10}O_{24} \cdot 7H_2O$. Sistem kristal mordenit adalah ortorombik seperti ditunjukkan pada Gambar 2.6. Mordenit biasanya ditemukan dalam batuan vulkanik bersama-sama dengan Stilbit dan Heulandit. Mordenit ditemukan pertama kali oleh Henry How, dan nama Mordenit diberikan berdasarkan nama suatu komunitas “Morden” (Rahmawati, 2008).



Gambar 2.6 Struktur Mordenit
(Utubira, dkk., 2006)

Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam dengan rasio Si/Al yang tinggi. Hal ini menyebabkan mordenit memiliki stabilitas termal yang tinggi untuk dehidrasi terjadi pada range 80-4000 °C (Rahmawati, 2008). Zeolit alam jenis mordenit merupakan jenis zeolit yang memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan Si/Al = 5 yang termasuk sangat stabil (Hapsari, 2006).

Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam yang dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam karena berpori cukup besar ($\pm 7\text{\AA}$). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator. Mordenit termasuk zeolit berpori besar yang tersusun dari cincin-12 anggota sehingga dapat mengadsorpsi baik molekul berantai lurus, cabang maupun siklik. Mordenit juga dikenal memiliki stabilitas termal yang tinggi, terbukti dari kemampuannya untuk mempertahankan struktur sampai temperatur 800-900 °C (Dyer, 1988).

Keistimewaan dari mordenit adalah permukaan oval cincin 12 dengan ukuran 0,67 x 0,7 nm, terdapat cincin 8 dengan diameter 0,39 nm yang dekat dengan permukaannya. Setiap kerangka atom berada di sebelah rongga cincin 12 atau 8 dilihat dari strukturnya. Struktur ini menyebabkan semua atom aluminium

dan anion atau situs asam yang bergabung dengannya berada pada dinding rongga dan dapat dicapai oleh spesies reaktan yang melaluinya (Augustine, 1996).

Berdasarkan kandungan zeolit alam Malang jenis mordenit dapat diketahui bahwa zeolit mordenit dapat digunakan sebagai katalis. Pemanfaatan ini karena sifat-sifat zeolit mordenit dan kuantitasnya yang banyak dengan kualitas yang baik. Penelitian ini zeolit alam Malang akan digunakan sebagai katalis dalam reaksi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa.

2.4 Aktivasi Zeolit

Aktivasi zeolit bertujuan untuk meningkatkan kemampuan aktivitas zeolit. Peningkatan daya guna atau optimasi zeolit dapat dilakukan melalui aktivasi secara fisis maupun kimia (Priatna, dkk., 1985). Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan baik secara fisika maupun secara kimia. Aktivasi secara fisika dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan, dan pemanasan pada suhu tinggi. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik, memperbesar pori, dan memperluas permukaan. Aktivasi secara kimia dilakukan melalui pengasaman. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor anorganik. Pengasaman ini akan menyebabkan terjadinya pertukaran kation dengan H^+ (Ertan, dan Ozkan, 2005). Kation Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} yang dapat dipertukarkan oleh kation lain menjadikan zeolit sebagai penukar ion yang baik. Sifat pemilihan terhadap kation mengikut urutan sebagai berikut : $Cs^+ > K^+ > NH_4^+ > Na^+ > H^+ > Li^+$ (Hussain, dkk., 2000).

Aktivasi zeolit sebagai katalis ditentukan oleh situs asam Brønsted yang berasal dari gugus hidroksil dalam struktur pori zeolit. Gugus hidroksil ini biasanya dibentuk melalui pertukaran dengan amonium atau kation polivalen diikuti dengan kalsinasi (Dyer, 1988). Mekanisme pembentukan asam Brønsted melalui pertukaran dengan amonium atau ion polivalen adalah sebagai berikut:

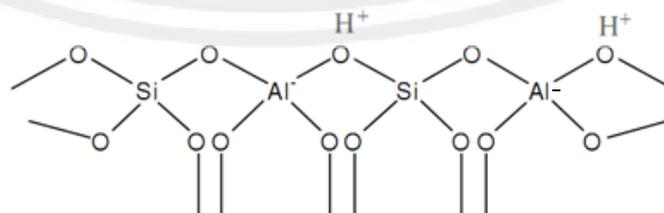
a) Pertukaran dengan ion amonium:



b) Pertukaran dengan ion polivalen:



Bentuk terprotanasi dari zeolit (H-zeolit) mengandung gugus hidroksil dimana proton berhubungan dengan muatan negatif kerangka oksigen dalam tetrahedral alumina seperti ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Bentuk H-zeolit
(Gates, 1992)

Rodiansono (2009) zeolit alam dapat diaktivasi dengan menggunakan larutan NH_4Cl . Hasil aktivasi zeolit kemudian dapat diimpregnasi dengan logam.

Rianto (2012) zeolit alam Malang diaktivasi secara kimia dengan menggunakan NH_4NO_3 2 M ke dalam zeolit alam kering. Penggunaan NH_4NO_3 terletak pada keefektifan NH_4NO_3 sebagai pengganti ion-ion pada zeolit khususnya ion logam alkali/alkali tanah. Ion pengganggu yang terdapat dalam zeolit dapat disubstitusi dengan kation NH_4^+ yang terdapat pada permukaan zeolit. Zeolit kemudian menjadi H-Zeolit dengan kalsinasi.

2.5 Modifikasi Zeolit dengan Dispersi Logam

Zeolit alam banyak ditemukan di alam dan bercampur dengan materi pengotor, baik yang bersifat kristalin maupun amorf. Zeolit memiliki karakter-karakter yang perlu dimodifikasi. Modifikasi zeolit dapat dilakukan dengan berbagai cara. Salah satu cara modifikasi zeolit adalah pengembanan logam.

Pengembanan logam merupakan salah satu usaha yang dilakukan pada zeolit untuk meningkatkan keaktifan dari zeolit. Pengembanan logam-logam tersebut pada zeolit akan mendistribusikannya secara merata pada permukaan pengemban, sehingga menambah luas permukaan spesifik sistem katalis secara keseluruhan (Trisunaryanti, dkk., 2005). Pengembanan logam pada zeolit juga dapat meningkatkan selektivitas katalis (Satterfield, 1980). Penemelan logam dalam pengemban merupakan hal yang penting dalam preparasi katalis. Penempelan logam dalam pengemban bertujuan untuk memperluas (memperbanyak) permukaan aktif (situs aktif). Teknik penempelan logam ke

dalam pengemban akan berpengaruh terhadap dispersi dan juga sifat interaksi antara logam dengan pengemban.

Penelitian modifikasi zeolit alam dengan penempelan logam telah banyak dilakukan. Suharto, dkk. (2007) telah melakukan pembuatan dan karakterisasi katalis bifungsional dari zeolit alam dengan menggunakan logam Cr, Ni, dan Ti. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis Cr-H-zeolit memiliki luas permukaan spesifik 110,83 m²/g serta keasaman 3,426 mmol/g. Ni-H-zeolit memiliki luas permukaan spesifik 104,58 m²/g serta keasaman 3,751 mmol/g. Katalis Ti-H-zeolit dengan luas permukaan spesifik 109,03 m²/g serta keasaman 3,355 mmol/g.

Sundaryono dan Budiyanto (2008) juga telah melakukan pembuatan katalis zeolit bifungsional Cr-H-ZA dan Ni-H-ZA. Pembuatan katalis dilakukan dengan metode dispersi logam serta dilakukan proses kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam. Trisunaryanti, dkk. (2005) telah melakukan proses preparasi, modifikasi dan karakterisasi katalis Ni-Mo/zeolit alam dan Mo-Ni/zeolit alam, dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa logam-logam Ni dan Mo terdistribusi di dalam dan di luar zeolit. Rodiansono (2007) juga telah melakukan preparasi dan karakterisasi katalis Ni-zeolit dan Ni-zeolit-Nb₂O₅. Dispersi ion logam dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam.

Logam-logam seperti Cr, Ni, Mo dan Ti dapat digunakan sebagai logam pengemban. TiO₂ banyak digunakan sebagai pengemban karena TiO₂ mempunyai sifat tidak beracun, stabil terhadap cahaya, mudah didapat, serta mempunyai

kestabilan kimia yang baik dalam kondisi semua reaksi (Hasibuan, 2012). Dispersi zeolit alam dengan logam TiO_2 telah dilakukan Windati, dkk. (2008) untuk mendegradasi metil jingga. Hasil penelitian menunjukkan TiO_2 terdispersi pada zeolit ($\text{TiO}_2/\text{zeolit}$) memiliki aktivitas lebih tinggi dibandingkan TiO_2 , zeolit, dan tanpa katalis dalam mendegradasi metil jingga dengan prosentase masing-masing adalah 50,15; 0,63; 48,24; dan 13,21 %. Sedangkan Wijaya, dkk. (2006) telah melakukan modifikasi TiO_2 -zeolit untuk fotodegradasi zat warna *congo red*. Hasil penelitian menunjukkan luas permukaan spesifik zeolit dengan $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$ mengalami peningkatan yaitu 16,31 dan 100,96 (m^2/g), sehingga cukup efektif digunakan untuk mendegradasi *congo red* dengan penurunan konsentrasi *congo red* mencapai sekitar 99%.

Berdasarkan penjelasan di atas penelitian ini dilakukan modifikasi zeolit alam dengan metode disperse logam. Dispersi dipilih karena lebih mudah dilakukan daripada metode lainnya. Logam yang digunakan sebagai pengemban adalah dalam bentuk oksida TiO_2 .

2.6 Isomerisasi Glukosa

Monosakarida atau gula sederhana terdiri atas hanya satu unit polihidroksi aldehid atau polihidroksi aseton. Monosakarida yang paling banyak dijumpai di alam adalah D-glukosa yaitu monosakarida dengan 6 atom karbon (Gultom, 2001). Monosakarida mempunyai rumus empiris $(\text{CH}_2\text{O})_n$ dimana $n = 3$ atau lebih besar. Setiap atom karbon dalam monosakarida mengandung gugus hidroksil,

kecuali sebuah atom karbon yang mengandung gugus karbonil atau keton. Jika gugus karbonil ada di ujung dari rantai, monosakarida itu disebut aldosa dan jika terletak di lain tempat maka monosakarida itu disebut ketosa (Girindra, 1993).

Jenis monosakarida yang terpenting yaitu glukosa dan fruktosa. Glukosa merupakan monosakarida aldosa yang terpenting bagi kehidupan. Glukosa selalu terdapat dalam darah, oleh sebab itu sering disebut sebagai gula darah. Glukosa sering disebut sebagai dekstrosa, karena mempunyai sudut putar bidang polarisasi positif sebesar $+52,5^\circ$. Fruktosa merupakan ketosa yang terpenting bagi kehidupan. Fruktosa sering disebut sebagai levulosa karena zat ini dalam air mempunyai sudut putar polarisasi sebesar -92° . Zat ini merupakan gula yang paling manis dan terdapat bersama-sama dengan glukosa dalam buah-buahan (Gultom, 2001). Standar tingkat kemanisan dari berbagai jenis gula ditunjukkan pada Tabel 2.3.

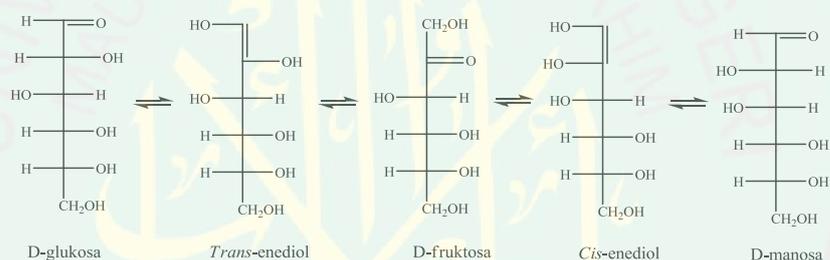
Tabel 2.3 Jenis gula berdasarkan tingkat kemanisan

Jenis>Nama gula	Tingkat kemanisan (%)
Sukrosa	100
Fruktosa	173
Glukosa	74
Galaktosa	32
Maltosa	32

Sumber: Sediaoetama (2006)

Gula aldosa dan ketosa dapat mengalami reaksi isomerisasi pada kondisi alkali. Contohnya, D-glukosa dapat membentuk isomer menjadi D-fruktosa dan D-manosa. Reaksi ini bersifat reversibel, sehingga reaksinya bersifat interkonversi atau perubahan isomer-isomer optik, geometri atau posisi (keseimbangan antara

dua isomer). Mekanisme reaksi isomerisasi yang terjadi dapat dituliskan seperti pada Gambar 2.8 (Topper dan Stetten, 1951; Wrosted, 2012). Isomerisasi juga dapat berlangsung dengan katalis asam. Reaksi isomerisasi katalis asam dimulai dengan terbentuknya ion karbonium dipermukaan katalis. Katalis mengadsorpsi reaktan dan menghasilkan ion karbonium sebagai spesi reaktan teradsorpsi pada permukaan. Katalis-katalis itu adalah katalis yang memiliki proton (H^+) dipermukaan katalis (Nasikin dan Susanto, 2010).



Gambar 2.8 Reaksi isomerisasi gula sederhana (Topper dan Stetten, 1951).

Isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dapat dilakukan dengan katalis biologi (biokatalis) atau katalis kimia. Isomerisasi glukosa menjadi fruktosa telah banyak dilakukan oleh peneliti menggunakan katalis enzim. Zhang, dkk. (2004) telah melakukan penelitian konversi glukosa menjadi fruktosa 42 % menggunakan katalis enzim isomerase. Konversi glukosa menjadi fruktosa 40 % juga telah dihasilkan menggunakan enzim yang diimobilisasi (*Sweetzyme IT*) dengan konsentrasi glukosa 10 % dan enzim sebanyak 0,5 g pada suhu 60 °C selama 60 jam (Gaily, dkk., 2010).

Penggunaan katalis enzim meskipun dapat memberikan persentase fruktosa yang besar, proses enzimatik mempunyai beberapa kekurangan yaitu: (i)

mebutuhkan proses prereaksi purifikasi untuk menghilangkan pengotor yang dapat menghambat aktivitas enzim, seperti keberadaan ion Ca^{2+} . (ii) Enzim membutuhkan larutan buffer untuk mengoptimalkan pH antara 7 dan 8 (Na_2CO_3) dan untuk mengaktifkan enzim (MgSO_4) membutuhkan proses *ion-exchange*. (iii) Suhu optimal adalah 333 K untuk memaksimalkan hasil produk dan waktu hidup enzim, sehingga laju reaksi yang lebih cepat dengan suhu yang lebih tinggi tidak dapat dilakukan. (iv) Biaya operasi yang lebih besar, karena pemakaian biokatalis enzim tidak dapat dipakai berulang-ulang (Moliner, dkk., 2010). Katalis kimia (katalis heterogen) dapat digunakan sebagai alternatif biokatalis. Katalis heterogen memberikan beberapa keuntungan antara lain dapat digunakan dari bahan-bahan yang tidak mahal, memiliki skala operasi suhu yang cukup luas, laju reaksi yang lebih cepat, dan waktu yang lebih singkat.

Penelitian penggunaan katalis heterogen atau katalis anorganik untuk reaksi isomerisasi glukosa telah dilakukan Lourvanij (1991), katalis yang digunakan adalah H-Y zeolit dengan variasi reaktan, kecepatan pengadukan, waktu dan suhu reaksi. Variasi waktu dilakukan pada 1-10 jam untuk konsentrasi D-glukosa sebagai reaktan rendah dan 1-24 jam untuk konsentrasi reaktan tinggi. Peningkatan waktu memberikan konversi glukosa semakin tinggi. Variasi suhu dilakukan pada 100-130 °C, peningkatan suhu diikuti peningkatan konversi glukosa. Suhu 130 °C adalah suhu terbaik konversi glukosa dengan menghasilkan produk D-fruktosa, asam levulinat, asam format, hidrometil fulfural, dan produk lain yang tidak diketahui. Sedangkan untuk selektivitas fruktosa

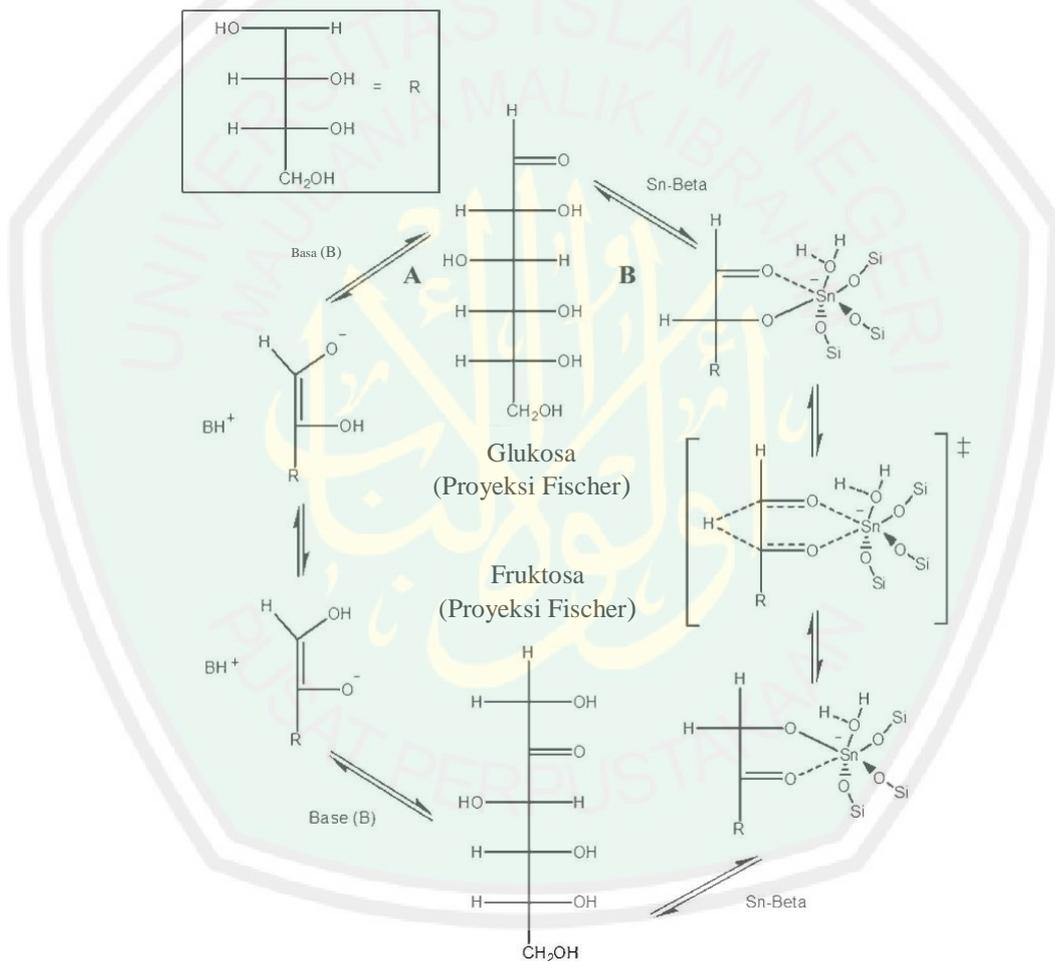
terbaik yaitu pada suhu antara 110-120 °C dari berbagai variasi reaktan, maupun pengadukan. Waktu diatas 6 jam dan suhu tinggi selektivitas fruktosa berkurang karena adanya peningkatan selektivitas hidrometil fulfural, asam levulinat dan asam format.

Moliner, dkk. (2010) melakukan penelitian isomerisasi glukosa menjadi fruktosa menggunakan katalis anorganik yaitu logam yang diimbangkan pada zeolit sintetis Ti-Beta dan Ti-MCM-41 dengan kondisi reaksi yang dilakukan yaitu 10 % (b/b) glukosa dalam air suhu 413 K selama 90 menit dan dengan perbandingan molar logam : glukosa sebesar 1 : 50 menghasilkan konversi glukosa secara berturut-turut sebesar 50 dan 23 % serta selektivitas fruktosa sebesar 45 dan 28 %.

Reaksi skema representasi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dengan katalis logam yang diimbangkan ke dalam zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.9. Penelitian Leshkov, dkk. (2010) yang menunjukkan bahwa reaksi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa terjadi dengan jalan pergeseran atom hidrogen intramolekuler oleh kehadiran Sn-Beta. Pusat logam dalam Sn-Beta berfungsi sebagai asam Lewis dalam media larutan air.

Berdasarkan penelitian Corma, dkk. (2003), Sn-beta yang dianalisis dengan ^{119}Sn MAS NMR (*Magic Angle Spinning-Nuclear Magnetic Resonance*) menunjukkan puncak pada -444 ppm yang merujuk pada koordinasi tetrahedral Sn dalam kerangka zeolit, tidak ada puncak pada -690 ppm dan -740 ppm yang merujuk pada koordinasi oktahedral Sn yang ditemukan. Oleh karena itu dalam

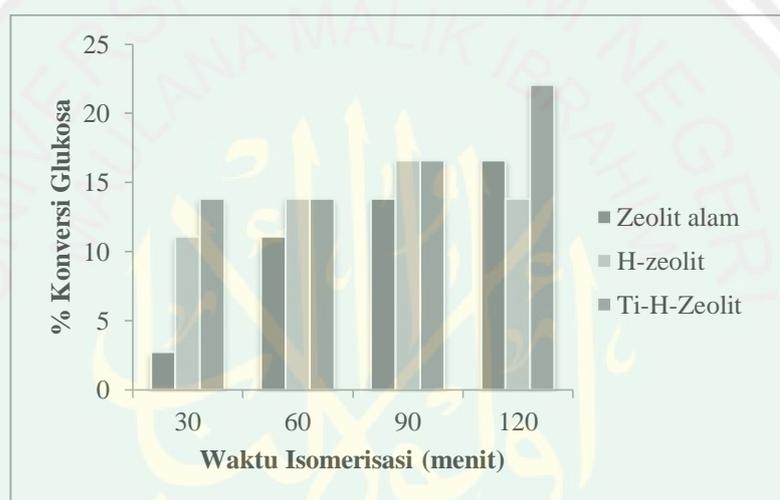
reaksi isomerisasi glukosa, diduga logam Sn dapat terkoordinasi pada dua atom O glukosa. Kemudian senyawa intermediet terbentuk, dimana terjadi pemutusan atom hidrogen pada C-2 dan pembentukan ikatan antara atom hidrogen dengan C-1. Atom O pada C-2 terstabilkan dengan membentuk ikatan rangkap.



Gambar 2.9 (A) Skema representasi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa katalis basa dan (B) Dugaan skema representasi mekanisme reaksi isomerisasi glukosa menggunakan katalis logam (Leshkov, dkk., 2010).

Penggunaan zeolit sintetik dapat digantikan dengan zeolit alam yang melimpah. Penelitian Erlynata (2013) melaporkan hasil perbandingan penggunaan

katalis zeolit alam, zeolit alam aktivasi (H-zeolit) dan zeolit alam yang diimpregnasikan Ti 0,2 M dengan variasi waktu reaksi 30 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Suhu dilakukan pada 110 °C dengan kombinasi reaktan katalis:glukosa (1:50). Hasil konversi glukosa dengan variasi waktu ditunjukkan pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Hasil % konversi glukosa dengan variasi waktu reaksi isomerisasi menggunakan katalis zeolit alam, zeolit alam aktivasi dan Ti-H zeolit

Gambar 2.10 dapat dilihat bahwa Ti-H-zeolit menghasilkan % konversi yang lebih tinggi dari pada zeolit alam dan H-zeolit pada masing-masing variasi waktu. Konversi glukosa tertinggi dengan menggunakan katalis Ti-H-zeolit alam pada waktu reaksi 120 menit adalah 22, 02% (Erlynata, 2013). Berdasarkan beberapa penelitian di atas, sehingga perlu dilakukan pengembangan peningkatan suhu, waktu untuk menghasilkan konversi glukosa dan selektivitas fruktosa semakin meningkat. Waktu ditingkatkan yaitu 0, 1, 2, 3, dan 4 jam. Suhu menjadi 110 °C, 120 °C, dan 130 °C.

2.7 Karakterisasi

2.7.1 Analisis Struktur Zeolit dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, 2004).

Spektroskopi XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg seperti ditunjukkan pada persamaan 2.1. W.L Bragg menggambarkan difraksi sinar-X oleh kristal ditunjukkan seperti pada Gambar 2.11 (Aji dan Anjar, 2009).

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta \dots\dots\dots (2.1)$$

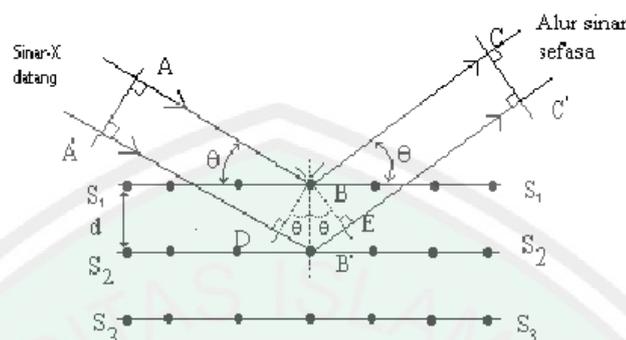
dengan :

λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

d : Jarak antara dua bidang kisi

n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan

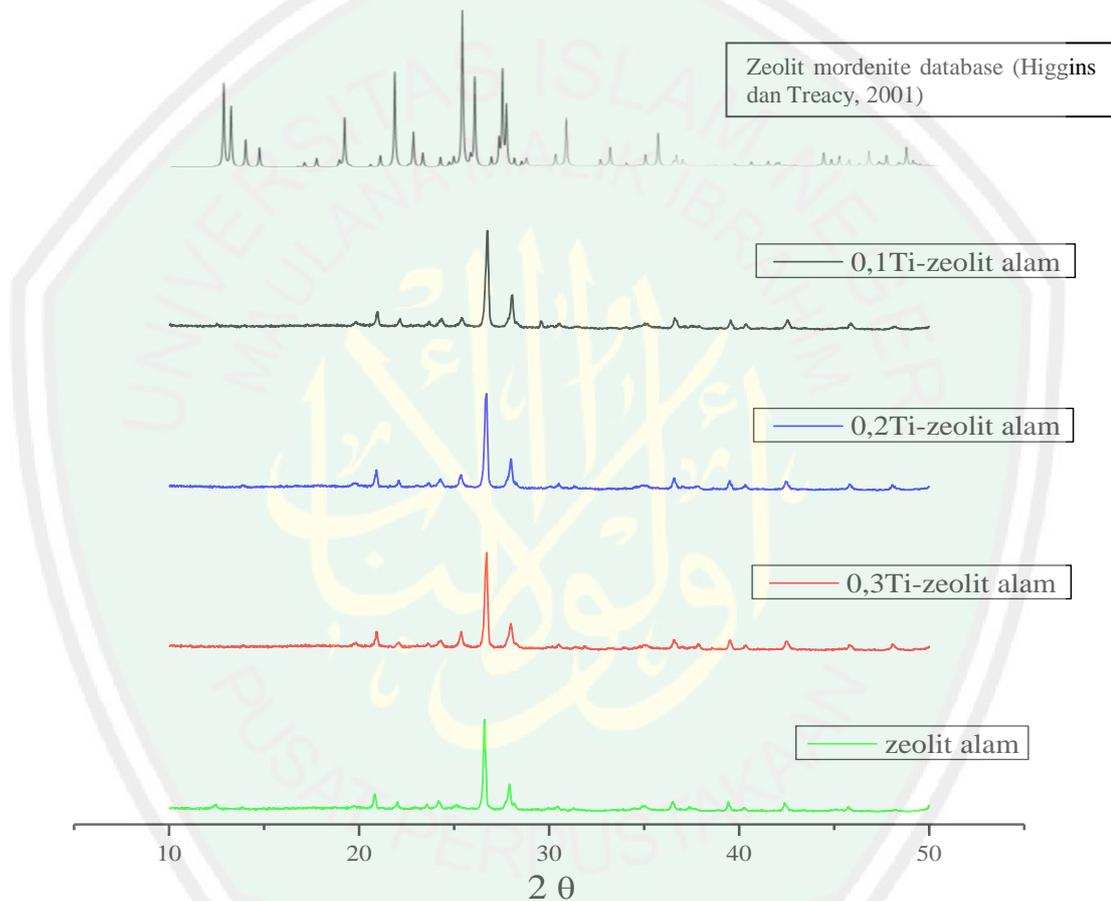


Gambar 2.11 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg (Hayati, 2007).

Identifikasi spesies dari pola difraksi didasarkan pada posisi garis (dalam θ dan 2θ) dan intensitas relatifnya. Harga 2θ ditentukan oleh harga d , dari persamaan Bragg maka harga d dapat dihitung dari panjang gelombang yang diketahui dan sudut terukur. Intensitas garis tergantung pada jumlah dan jenis pusat atom pemantul yang ada pada setiap lapisan. Identifikasi kristal dilakukan secara empiris dimana diperlukan data standar mengenai harga d dan garis intensitas dari senyawa murni. Intensitas yang diukur dari garis difraksi dan membandingkannya dengan standar maka analisis kuantitatif dari campuran kristal dapat dilakukan (Aji dan Anjar, 2009).

Rianto (2012) melaporkan bahwa difraktogram Ti-zeolit alam Malang dengan konsentrasi Ti 0,1; 0,2; dan 0,3 M tidak menunjukkan refleksi Ti secara jelas, hal ini dimungkinkan karena adanya tumpang tindihnya refleksi Ti dengan zeolit. Selain itu seiring dengan bertambahnya konsentrasi zeolit modifikasi Ti, pada puncak khas yang tampak terjadi penurunan intensitas kristal. Hasil difraktogram dispersi TiO_2 pada zeolit alam ditunjukkan oleh Gambar 2.12.

Penelitian ini dilakukan dispersi TiO_2 0,2 M, karena ditinjau dari kristalinitas, keasaman, luas permukaan spesifik dan pendispersian material titanium pada permukaan zeolit lebih baik daripada konsentrasi 0,1 M dan 0,3 M.



Gambar 2.12 Perbandingan pola XRD zeolit mordenit database, 0,1 Ti-zeolit alam; 0,2 Ti-zeolit alam; 0,3 Ti-zeolit alam, zeolit alam Malang

2.7.2 Analisis Morfologi dan Kandungan Unsur Permukaan Zeolit dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Analysis X-Ray (SEM-EDAX)*

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran pori. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron

sekunder ke segala arah. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Abdullah dan Khairurrijal, 2008).

Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat. Suatu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron yang dihasilkan dapat menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas tersebut, sehingga akan menghasilkan gambar ke dalam bidang 300-600 kali lebih baik dari pada mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan gambar tiga dimensi. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan magnifikasi dari 20x-100.000x (Whyman, 1996).

Bila elektron dengan energi yang cukup besar menumbuk pada sampel, maka akan menyebabkan terjadinya emisi sinar-X yang energinya dan intensitasnya bergantung pada komposisi elemental sampel. Pada EDAX di mana sinar-X yang diemisikan dikonversi dan disimpan secara elektronik dan bukan dengan difraksi kristal (Abdullah dan Khairurrijal, 2008). Bila sebuah elektron ditolak dari kulit dalam atom oleh interaksi dengan berkas elektron energi tinggi, hasilnya adalah ion tersebut berada pada tingkat eksitasi. Setelah melalui proses relaksasi atau de-eksitasi, ion tereksitasi ini memancarkan energi untuk dapat kembali ke tingkat normal yaitu keadaan dasar (*ground state*). Proses yang paling mungkin dalam kebanyakan kasus adalah deretan transformasi yang masing-masing sebuah elektron dari kulit luar jatuh ke tempat kosong di dalam kulit

terdalam. Setiap kejatuhan menyebabkan elektron tersebut kehilangan sejumlah energi, yaitu beda energi antara kulit dimana elektron berasal dan kulit ke mana elektron jatuh (Abdullah dan Khairurrijal, 2008).

2.7.3 Analisis Luas Permukaan dengan Adsorpsi *Methylen Blue*

Penentuan luas permukaan katalis adalah salah satu faktor yang diperlukan dalam proses reaksi katalisis heterogen, walaupun tidak selalu berbanding dengan aktivitas katalis. Luas permukaan katalis yang tinggi akan memberikan luas kontak yang besar antara molekul reaktan dengan katalis. Besarnya kontak tersebut secara langsung akan berpengaruh terhadap proses reaksi secara keseluruhan. Molekul akan bergerak bebas sebelum mengalami adsorpsi pada permukaan katalis kemudian teraktivasi dan bereaksi menghasilkan produk. Semakin banyak molekul reaktan teradsorpsi dan teraktivasi, maka semakin tinggi juga peluang terjadinya reaksi terkatalisis menghasilkan produk (Rodiansono, 2007).

Penentuan luas permukaan menggunakan metode metilen biru karena metode ini sederhana dan relatif murah. Terdapat tiga tahap yang dilakukan pada metode ini yaitu, tahap penentuan panjang gelombang maksimum dari metilen biru, tahap pembuatan kurva kalibrasi dan tahap penentuan konsentrasi metilen biru yang terserap. Banyaknya molekul metilen biru yang dapat diadsorpsi sebanding dengan luas permukaan biosorben (Riesthandie, 2010).

Rianto (2012) telah melakukan pengukuran luas permukaan Ti-zeolit alam Malang dengan variasi konsentrasi Ti 0,1; 0,2; dan 0,3 M. Adapun hasil luas

permukaan spesifik zeolit modifikasi yang terbaik dalam setiap konsentrasi dapat dilihat dalam Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Luas permukaan zeolit modifikasi logam titanium

Konsentrasi Ti dalam zeolit alam Malang (M)	Luas permukaan (m ² /gram)
0,1	23,159
0,2	23,365
0,3	21,530

Sumber: Rianto (2012)

2.7.4 Analisis Keasaman Permukaan dengan Adsorpsi Amoniak

Keasaman adalah jumlah milimol asam per satuan berat atau luas permukaan. Besaran ini diperoleh melalui pengukuran jumlah basa amoniak yang bereaksi dengan gugus asam padatan, dimana jumlah basa amoniak dari fasa gas yang diadsorpsi oleh permukaan padatan adalah ekuivalen dengan jumlah asam pada permukaan padatan yang menyerap basa tersebut. Keasaman padatan pada zeolit berasal dari situs asam Brønsted dan situs asam Lewis (Trisunaryanti, 2009). Uji keasaman ini dilakukan untuk mengetahui banyaknya situs asam di dalam katalis tanpa melihat seberapa kuat situs asamnya.

Keasaman yang dihasilkan dipengaruhi juga oleh rasio Si/Al, bahwa semakin kecil rasio molar SiO₂/Al₂O₃, jumlah sisi asam Brønsted dan Lewis semakin besar. Hal ini disebabkan oleh pusat inti asam katalis terletak pada kerangka atom Al. Semakin besar jumlah atom Al, maka semakin banyak ion hidrogen yang menyeimbangkan muatan negatif dalam kerangka akibat kehadiran [AlO₄]⁵⁻ membentuk sisi asam Brønsted. Selain itu, semakin besar jumlah atom Al juga mengakibatkan semakin banyak kation Al yang bereaksi dengan air

membentuk Al-OH, kemudian air akan keluar akibat pemanasan dan membentuk ion Al³⁺ terkoordinasi menghasilkan asam Lewis yang kuat (Smart, 1993).

2.7.5 Analisis Hasil Konversi Glukosa dengan Polarimeter

Alat yang digunakan untuk menentukan pemutaran bidang polarisasi cahaya suatu senyawa secara kuantitatif disebut polarimeter. Besarnya derajat putar tergantung pada kadar senyawa yang akan ditentukan sudut putarnya. Kemampuan pemutaran bidang polarisasi suatu senyawa dalam larutannya diberi tanda yaitu tanda (+) untuk senyawa yang memutar ke kanan, dan tanda (-) untuk senyawa yang memutar ke kiri (Gultom, 2001).

Cahaya merambat seperti gelombang, dan gelombang itu tegak lurus arah rambatan. Cahaya terpolarisasi bidang ialah cahaya yang getaran (*vibration*) gelombangnya telah tersaring semua, kecuali getaran yang berada pada suatu bidang. Polarisasi bidang dilakukan dengan melewati cahaya bisa menembus sepasang kristal kalsit, atau menembus suatu lensa polarisasi (Keenan, 1994).

Bila cahaya terpolarisasi dilewatkan ke dalam suatu zat optis aktif seperti gula, maka cahaya itu akan dibelokkan. Jika cahaya tersebut dilewatkan kedalam air murni, maka cahaya tersebut diteruskan, artinya air tak dapat memutar bidang cahaya terpolarisasi. Zat optis aktif ditandai oleh adanya atom karbon tak *setangkup* (asimetri) atau kiral di dalam senyawa organik. Besarnya sudut perputaran cahaya terpolarisasi dapat diukur dengan polarimeter dan harganya dipengaruhi oleh konsentrasi zat aktif optis itu sendiri. Hubungan antara konsentrasi dan besar sudut putar dapat dirumuskan sebagai

$$[\alpha]_{\lambda}^T = \frac{\alpha}{l \cdot C} \dots\dots\dots (2.2)$$

dengan $[\alpha]_{\lambda}^T$ menyatakan perputaran (rotasi) jenis pada suhu T dan panjang gelombang (λ) tertentu, α menyatakan perputaran teramati, l menyatakan panjang larutan yang dilewati cahaya, dan C menyatakan konsentrasi (Keenan, 1994).

Rotasi jenis (*specific rotation*) ialah besarnya perputaran oleh 1,0 g zat dalam 1,0 mL larutan yang berada dalam tabung dengan panjang jalan (cahaya) 1,0 dm, pada suhu dan panjang gelombang tertentu. Panjang gelombang yang lazim digunakan ialah 589,3 nm (garis D Natrium) (Keenan, 1994).

2.7.6 Analisis Hasil Konversi Glukosa dengan *High Performance Liquid Chromatographic* (HPLC)

Menurut Adnan (1987) dalam Sudarmaji, dkk. (1997), HPLC adalah salah satu jenis kromatografi partisi cairan-cairan. Keuntungan pemakaian kromatografi partisi, dibandingkan dengan kromatografi adsorpsi adalah karena daya ulangnya yang lebih baik, dan dari data kelarutannya hasilnya sudah dapat diramalkan. Koefisien distribusi yang dihasilkan konstan dalam jangka konsentrasi yang luas, sehingga dapat dihasilkan puncak yang simetris dan lebih tajam. Menurut Hendayana (2006), kromatografi cairan kinerja tinggi mempunyai keuntungan yaitu mampu menganalisis cuplikan yang tidak menguap dan tidak stabil pada suhu tinggi.

Prinsip kerja HPLC adalah sebagai berikut: dengan bantuan pompa fasa gerak cair dialirkan melalui kolom ke detektor. Cuplikan dimasukkan ke dalam aliran fasa gerak dengan cara penyuntikan. Pemisahan komponen-komponen campuran terjadi di dalam kolom, karena perbedaan kekuatan interaksi antara

solut-solut terhadap fasa diam. Solut-solut yang kurang interaksinya dengan fasa diam akan keluar dari kolom lebih dulu. Sebaliknya, solut-solut yang kuat berinteraksi dengan fasa diam maka solut-solut tersebut akan keluar dari kolom lebih lama. Setiap komponen campuran yang keluar kolom dideteksi oleh detektor kemudian direkam dalam bentuk kromatogram. Kromatogram HPLC menggambarkan jumlah puncak dan luas puncak, dimana jumlah puncak menyatakan jumlah komponen sedangkan luas puncak menyatakan konsentrasi komponen dalam campuran (Hendayana, 2006).

Proses partisi dari kromatografi, sangat peka terhadap perbedaan berat molekul dan polaritas solut. Komponen-komponen karbohidrat mempunyai berat molekul dan polaritas yang berbeda-beda, maka HPLC dapat melakukan pemisahan terhadap komponen-komponen karbohidrat tersebut. Pemisahan dimaksud, dilakukan di dalam kolom berdasarkan atas waktu retensi relatif dari masing-masing komponen. Analisa dengan teknik HPLC ini sangat kritis terhadap perubahan kondisi kerja, sehingga apabila akan melakukan analisa sejumlah besar sampel dianjurkan untuk melakukan preparasi seluruh sampelnya, pencucian dan stabilisasi kolom, dan baru dilakukan analisa secara sinambungan seluruh sampelnya. Cara ini dapat lebih menjamin kondisi analisa yang relatif konstan (Adnan dalam Sudarmaji, dkk., 1997).

Eluen yang dapat digunakan pada analisis monosakarida dengan HPLC adalah air deionisasi, disamping murah juga tidak beracun. Air deionisasi memiliki sifat kepolaran yang sesuai dengan karbohidrat. Penggunaan eluen

tersebut pemisahan glukosa dan fruktosa menghasilkan resolusi yang baik (Ratnayani, 2008). Penelitian Moliner (2010) analisis hasil konversi glukosa digunakan detektor PDA UV (320 nm) dan kolom Aminex HPX 87C (300 × 7,8) Biorad, menggunakan air murni (pH 7 ¼) sebagai fase gerak dengan laju alir 0,60 ml / menit dan suhu kolom 353 K.

2.8 Pemanfaatan Zeolit sebagai Katalisator Berdasarkan Perspektif Islam

Ilmu tentang mineral (barang-barang tambang) merupakan salah satu topik penting yang perlu dikaji berdasarkan perspektif Alqur'an. Alqur'an yang bersifat kontekstual dan universal memerintahkan manusia untuk mempelajari setiap kandungan ayatnya. Upaya peningkatan pemahaman mengenai ayat-ayat Alqur'an perlu dilakukan untuk mengetahui kandungan tentang pengetahuan alam semesta, termasuk ilmu mineralogi. Alqur'an menunjukkan skema bayangan warna yang ditemukan tidak hanya pada tumbuh-tumbuhan, tetapi tampak pula dalam bebatuan dan barang-barang tambang, sesuai firman Allah dalam surah Fathir ayat 27.

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيْضٌ وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ

“Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada (pula) yang hitam pekat” (QS. Fathir/35: 27).

Ayat ini menjelaskan tentang bukti-bukti kekuasaan Allah. Isinya adalah ajakan kepada setiap orang untuk berfikir dan memperhatikan ciptaan Allah yang beragam dan beraneka macam. Keanekaragaman itu terjadi tidak hanya pada buah-buahan, melainkan juga gunung-gunung yang memiliki jalur dan garis-garis yang terlihat berwarna putih, merah, dan terlihat hitam pekat (Shihab, 2002). Allah menjadikan gunung-gunung yang berlainan warnanya. Tanahnya ada yang putih, ada yang merah dan ada yang hitam pekat. Gunung-gunung itu mempunyai jalan-jalan (jalur) yang berbeda warnanya, padahal gunung itu terdiri atas tanah dan batu-batuan (ash-Shiddieqy, 2000).

Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan adanya perbedaan materi-materi yang dikandung oleh bebatuan gunung-gunung itu. Jika besi, maka warna dominannya adalah merah; jika materinya batubara, maka dominannya hitam; jika materinya perunggu, maka gunung tersebut berwarna kehijauan, dan seterusnya. Meskipun bentuknya beraneka macam, tapi berasal dari materi yang satu dalam perut bumi. Semua itu bertujuan untuk kemudahan dan pemanfaatan umat manusia (Shihab, 2002). Allah menciptakan gunung-gunung yang kelihatan seperti garis-garis, ada yang kelihatan putih, merah dan hitam pekat. Garis-garis berwarna pada batuan paling umum dijumpai pada jenis batuan sedimen. Setiap lapisan batuan sedimen dapat memiliki warna yang berbeda karena tersusun dari material yang berbeda. Perbedaan warna ini terutama dicirikan oleh perbedaan susunan mineralogisnya. Mineral berwarna putih antara lain alumino-silika, berwarna merah antara lain besi oksida (*hematit*), dan mineral-mineral yang lain

(Departemen Agama RI, 2010). Zeolit adalah mineral alam yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa, mineral tambang ini dijumpai mengisi celah-celah ataupun rekahan dari batuan tersebut. Zeolit juga merupakan endapan dari aktivitas vulkanik sebuah gunung. Zeolit berwarna putih keabu-abuan, putih kehijau-hijauan atau putih kekuning-kuningan yang tersusun atas unit tetrahedral silika-alumina (Sutarti dan Rahmawati, 1994).

Berdasarkan kandungan mineral alam berupa zeolit perlu adanya upaya pemanfaatan yang tepat. Pemanfaatan segala ciptaan Allah di bumi ini untuk memenuhi kebutuhan hidup agar tidak ada yang sia-sia, namun penggunaannya tidak berlebihan. Salah satu pemanfaatan tersebut yaitu adanya peningkatan daya guna mineral alam zeolit sebagai katalisator. Allah berfirman dalam surat ar-Ruum ayat 8:

أَوَلَمْ يَتَفَكَّرُوا فِي أَنفُسِهِمْ ۗ مَا خَلَقَ اللَّهُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ
وَأَجَلٍ مُّسَمًّى ۗ وَإِنَّ كَثِيرًا مِّنَ النَّاسِ بِلِقَائِ رَبِّهِمْ لَكَافِرُونَ ﴿٨﴾

“dan mengapa mereka tidak memikirkan tentang (kejadian) diri mereka? Allah tidak menjadikan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya melainkan dengan (tujuan) yang benar dan waktu yang ditentukan. dan sesungguhnya kebanyakan di antara manusia benar-benar ingkar akan pertemuan dengan Tuhannya”(QS. ar-Ruum/30:8).

Ayat di atas menganjurkan kepada manusia untuk memikirkan kejadian dan keadaan diri mereka, darimana asalnya dan bagaimana akan musnah. Setelah anjuran itu, barulah ayat ini melanjutkan tujuan penciptaan langit, bumi dan apa yang ada diantara keduanya, yakni bahwa itu bukan permainan atau sia-sia tetapi

untuk tujuan yang benar. Ibn Asyur menyatakan bahwa yang dimaksud dengan *al-haq* adalah “apa yang mestinya menjadi hikmah dan tujuan penciptaan langit dan bumi” (Shihab, 2002). Kalimat *في انفسهم* kedudukannya sebagai *zharaf* dari *tafakkur*, bukan sebagai *maf’ul bih* dari kata kerja ‘*yatafakkaru*’ karena mereka tidak diperintahkan untuk merenungi penciptaan diri mereka sendiri, bahkan terhadap penciptaan langit dan bumi, serta yang ada diantara keduanya (al-Jazairi, 2008). Semua yang diciptakan oleh Allah tidak diciptakan tanpa guna, tetapi semuanya itu diciptakan dengan tujuan tertentu. Penciptaan itu telah diberikan batasan waktu tertentu, yaitu hari kiamat (Abdullah, 2004).

Pemanfaatan Zeolit alam sebagai katalis akan meningkatkan daya guna zeolit. Salah satu penggunaan zeolit alam sebagai katalis yaitu dalam reaksi isomerisasi glukosa untuk menghasilkan produk fruktosa atau produk lainnya. Fruktosa dalam bidang industri makanan dan minuman digunakan sebagai alternatif pemanis lain selain gula tebu. Fruktosa dengan tingkat kemanisan yang tinggi dan nilai kalori yang rendah cenderung lebih disukai. Gula ini umumnya digunakan sebagai bahan tambahan pangan atau tambahan obat yang banyak digunakan oleh penderita diabetes dan obesitas, sehingga dapat digunakan sebagai pencegahan atau pengobatan penyakit. Allah befirman dalam surat an-Nahl ayat 69:

ثُمَّ كُلِي مِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ فَاسْلُكِي سُبُلَ رَبِّكِ ذُلَالًا يَخْرُجُ مِنْ بَطُونِهَا شَرَابٌ مُخْتَلِفٌ
 أَلْوَانُهُ فِيهِ شِفَاءٌ لِلنَّاسِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿٦٩﴾

“Kemudian makanlah dari tiap-tiap (macam) buah-buahan dan tempuhlah jalan Tuhanmu yang telah dimudahkan (bagimu). dari perut lebah itu ke luar minuman (madu) yang bermacam-macam warnanya, di dalamnya terdapat obat yang menyembuhkan bagi manusia. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Tuhan) bagi orang-orang yang memikirkan” (QS. an Nahl/16:69).

Menurut tafsir al-aisar kata شراب (minuman) yaitu berupa madu (al-jazairi, 2008). Madu mengandung berbagai efek penyembuh, dengan madu banyak penyakit dapat disembuhkan (فيه شفاء للناس). Madu tentu saja bukanlah obat bagi semua penyakit. Kata شفاء (kesembuhan) dalam ayat tersebut disebutkan dalam bentuk kata benda tak tentu (Imani, 2005). Korelasi gula atau fruktosa dari ayat tersebut bahwa madu menurut Barclay, dkk. (2012) kandungan fruktosanya adalah hampir setengah dari total gula dalam madu. Fruktosa adalah pemanis alternatif alami lain selain gula tebu (sukrosa) yang baik untuk kesehatan. Rasulullah SAW bersabda yang diriwayatkan oleh Aisyah RA:

كَانَ أَحَبُّ الشَّرَابِ إِلَى رَسُولِ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ الْحُلْوُ الْبَارِدُ

“Sesungguhnya minuman yang paling disukai oleh Rasulullah SAW adalah Al Hulwa Al Barid (minuman manis yang dingin).” (HR. Tirmidzi).

Fruktosa pada keadaan dingin, tingkat kemanisannya (*relative sweetness*) akan meningkat, sehingga terasa lebih manis (Fontvieille, dkk., 1989). Berdasarkan firman Allah dalam surat an Nahl ayat 69 dan hadits Rasulullah SAW tersebut dapat diambil hikmah dan manfaat dari fruktosa sebagai hasil isomerisasi glukosa dengan katalis zeolit modifikasi TiO₂. *Wallahu a'lamu bisshowab.*

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Desember 2013-Februari 2014. Tempat penelitian adalah Laboratorium Kimia Anorganik, Kimia Fisika, Bioteknologi, Instrumentasi Universitas Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang, Laboratorium Material dan Metalurgi ITS, dan Laboratorium Riset-Explain P3GI Pasuruan.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah seperangkat alat gelas, botol hidrotermal, cawan penguap, ayakan 150–200 mesh, desikator, oven (*Fischer Scientific*), tanur (*Fischer Scientific*), sentrifugase (*Thermo*), neraca analitik (*Mettler AE 160*), pengaduk magnet, spatula, termometer, pH meter, *refluks condenser*, *hot plate*, Spektroskopi UV-Vis (*Varian Cary-50*), XRD-6000 3 kW (*Shimadzu*), polarimeter model D7, SEM (*FEI Inspect S50*)-EDAX (*Ametek*), dan HPLC (*Kaneur*)

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah zeolit alam Malang, NH_4NO_3 *merck*, amoniak p.a, kertas saring, *methylen blue merck*, D-glukosa monohidrat *merck*, L-fruktosa *merck*, TiO_2 anatase ≥ 99 % *sigma aldrich*, dan aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah untuk mengetahui aktivitas katalis TiO_2 -zeolit alam dengan variasi waktu dan suhu pada proses isomerisasi glukosa. Katalis zeolit alam (ZA), zeolit hasil aktivasi (H-ZA), zeolit modifikasi terdispersi Ti (TiO_2 -H-ZA), dan TiO_2 dianalisis luas permukaannya menggunakan metode adsorpsi larutan *methylen blue*. Analisis keasaman permukaan dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri adsorpsi gas amoniak pada permukaan katalis. Katalis H-ZA, TiO_2 -H-ZA dan serbuk TiO_2 dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk identifikasi fase kristal dan kekristalan katalis. Analisis morfologi dan kandungan unsur zeolit terdispersi TiO_2 dengan SEM-EDAX.

H-ZA, TiO_2 -H-ZA dan TiO_2 diaplikasikan pada reaksi isomerisasi glukosa dengan metode *batch* dan juga reaksi dilakukan tanpa katalis. Analisis hasil konversi glukosa digunakan metode polarimeter. Hasil konversi terbaik dari analisis menggunakan polarimeter akan dikarakterisasi dengan HPLC untuk menganalisa secara kualitatif dan kuantitatif fruktosa dan senyawa lain hasil isomerisasi.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel zeolit alam
2. Aktivasi zeolit hasil preparasi
3. Modifikasi TiO_2 -HZA Malang
4. Karakterisasi

- a. Analisis fase kristal dan kristalinitas dengan XRD
 - b. Analisis luas permukaan metode adsorpsi *methylen blue*
 - c. Analisis keasaman dengan metode gravimetri adsorpsi amoniak
 - d. Analisis morfologi dan kandungan unsur dengan SEM-EDAX
5. Penentuan aktivitas katalitik H-ZA, TiO₂-H-ZA, dan TiO₂ pada reaksi isomerisasi glukosa
- a. Penentuan sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa dan fruktosa
 - b. Isomerisasi glukosa
 - c. Analisis hasil konversi dengan HPLC
6. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Zeolit Alam (Trisunaryanti, dkk., 2005)

Preparasi zeolit dilakukan dengan cara zeolit dihaluskan, dan diayak dengan ayakan ukuran 150 mesh dan 200 mesh. Zeolit lolos ayakan 200 mesh sebanyak 250 gram direndam dalam 500 mL akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama sehari semalam (24 jam) pada suhu kamar (± 25 °C). Hasil disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven suhu 100 °C selama 24 jam.

3.5.2 Aktivasi Zeolit (Suharto, dkk., 2007)

Aktivasi zeolit dilakukan dengan cara padatan zeolit kering hasil preparasi ditimbang 50 gram dan ditambahkan dengan larutan NH₄NO₃ 2 M sebanyak 100 mL,

perbandingan berat zeolit : volume larutan NH_4NO_3 adalah 1 : 2. Campuran diaduk secara kontinyu selama 4 jam tanpa pemanasan. Campuran disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral. Padatan yang diperoleh dipanaskan pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ dalam oven selama 12 jam. Tahap ini akan diperoleh H-ZA.

3.5.3 Modifikasi Zeolit dengan Dispersi TiO_2 (Rianto, 2012)

Zeolit hasil aktivasi sebanyak 10 gram dicampur dengan 20 mL larutan TiO_2 konsentrasi 0,2 M. Campuran diaduk selama 2 jam, kemudian dipindahkan pada botol silika (botol hidrotermal) dan dipanaskan secara hidrotermal pada suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ dalam oven selama 12 jam. Selanjutnya zeolit tersebut didiamkan selama 24 jam, dan dilakukan penyaringan. Endapan hasil penyaringan kemudian dioven dengan suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam untuk menghilangkan air. Selanjutnya semua sampel zeolit terdispersi diaktivasi dengan cara kalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam dalam tanur. Tahap ini akan dihasilkan katalis $\text{TiO}_2\text{-H-ZA}$.

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Analisis Fase Kristal Katalis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap zeolit alam aktivasi (H-ZA), zeolit hasil modifikasi ($\text{TiO}_2\text{-H-ZA}$) dan serbuk TiO_2 untuk identifikasi fase kristal dan kekristalan katalis. Cuplikan mula-mula dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Sampel ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi

Cu K_{α} ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 mA, pada sudut 2θ sebesar $5-60^{\circ}$ dan kecepatan scan $0,02^{\circ}/\text{detik}$.

3.5.4.2 Analisis Morfologi dan Kandungan Unsur dengan SEM-EDAX

Karakterisasi dengan SEM-EDAX dilakukan pada $\text{TiO}_2\text{-H-ZA}$. Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui ukuran, bentuk, dan partikel yang menempel setelah dilakukan modifikasi, serta EDAX untuk mengetahui kandungan unsur-unsur katalis. Sampel ditempatkan pada mesin pelapis emas dan ditempatkan pada instrumen SEM-EDAX. Kemudian diamati mikrografnyanya mulai perbesaran 5000-2000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.4.3 Analisis Luas Permukaan Katalis dengan Adsorpsi *Methylen Blue* (Hidayah, dkk., 2004)

Penentuan luas permukaan dilakukan pada ZA, H-ZA, $\text{TiO}_2\text{-H-ZA}$ dan TiO_2 dengan metode adsorpsi larutan *methylen blue* dalam sampel yang dilakukan pengocokan (*shaker*) dengan waktu tertentu dan kecepatan 150 rpm. Langkah-langkah yang dilakukan dalam penentuan luas permukaan metode *methylen blue* adalah :

- a) Penentuan panjang gelombang maksimum *methylen blue*

Larutan *methylen blue* 8 ppm diukur pada panjang gelombang 600-680 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Kemudian dianalisis spektranya dan dicari panjang gelombang maksimumnya. Panjang gelombang maksimum ini digunakan dalam tahap selanjutnya.

b) Penentuan waktu kestabilan kompleks *methylen blue*

Larutan *metylen blue* 8 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk setiap variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 menit dengan spektrofotometer UV-Vis. Waktu kestabilan kompleks *methylen blue* ditentukan yaitu absorbansi *methylen blue* cenderung stabil.

c) Pembuatan kurva baku

Seri larutan baku *methylen blue* dibuat dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 ppm, kemudian diukur absorbansi setiap konsentrasi dengan spektrofotometer UV-Vis. Kurva hubungan antara konsentrasi dengan adsorbansi dibuat dengan cara memplotkan nilai X (konsentrasi) dan Y (absorbansi), dan ditentukan persamaan regresi liniernya. Persamaan ini digunakan untuk menentukan konsentrasi *methylen blue* yang tidak teradsorb.

d) Penentuan luas kontak maksimum (kesetimbangan adsorpsi) dan luas permukaan katalis adsorpsi *methylen blue*

Larutan *methylen blue* 16 ppm diambil 10 mL dan ditambahkan 0,05 g sampel katalis (dicatat berat masing-masing sampel). Campuran selanjutnya dilakukan *shaker* dengan kecepatan 150 rpm (*rotations per minute*) untuk setiap variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, dan 70 menit. Campuran disentrifugase 1600 rpm selama 3 menit dan filtrat diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis, kemudian ditentukan luas kontak maksimum dan luas permukaan katalis. Luas permukaan dengan adsorpsi *methylen blue* dihitung dengan rumus berikut (Hidayah, dkk., 2004):

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{M} \dots\dots\dots (3.1)$$

Keterangan:

S = Luas permukaan (m^2/g)

X_m = *Methylen blue* yang terserap oleh 1 g adsorben (mg/g)

A = Luas permukaan 1 molekul *methylen blue* ($197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$)

N = Bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ molekul/mol)

M = Massa molekul *methylen blue* (320 g/mol)

3.5.4.4 Analisis Keasaman Katalis dengan Adsorpsi Amoniak (Musta, 2010)

Penentuan keasaman dilakukan pada ZA, H-ZA, TiO_2 -H-ZA, dan TiO_2 dengan metode gravimetri adsorpsi amoniak. Keasaman yang ditentukan adalah keasaman total. Gelas arloji kosong mula-mula dioven selama 1 jam pada suhu $\pm 110^\circ\text{C}$, kemudian ditimbang. Sampel katalis seberat 0,2 gram dimasukkan ke dalam gelas arloji tersebut dan kemudian dioven kembali pada suhu yang sama selama 1 jam. Berat gelas arloji berisi sampel katalis didinginkan sebentar dalam suhu ruang, kemudian ditimbang lagi untuk mengetahui berat katalis sebenarnya (tanpa air). Gelas arloji berisi sampel katalis diletakkan dalam desikator yang di dalamnya telah diletakkan cawan krus yang berisi amoniak. Kran desikator ditutup dan dibiarkan selama 24 jam agar gas amoniak teradsorpsi secara sempurna. Gelas arloji yang berisi sampel diangin-anginkan selama 4 jam pada suhu ruang, setelah itu beratnya ditimbang dan dihitung nilai keasaman totalnya dengan rumus (Musta, 2010):

$$Keasaman = \frac{W_{NH_3} \times 1000}{BM_{NH_3} \times W_{katalis}} \quad (\text{mmol/g}) \dots \dots \dots (3.2)$$

Keterangan :

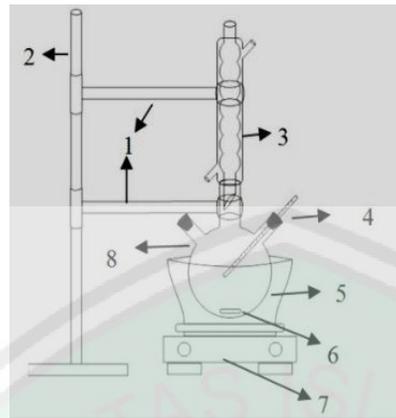
W_{NH_3} = Berat NH_3 yang diadsorb (gram)

Mr_{NH_3} = Berat molekul NH_3 (17 g/mol)

$W_{katalis}$ = Berat katalis tanpa air (gram)

3.5.5 Penentuan Aktivitas Katalitik H-ZA, TiO_2 -H-ZA, dan TiO_2 pada Reaksi Isomerisasi Glukosa

Isomerisasi glukosa dilakukan dengan metode *batch* dengan *refluks condenser* leher tiga dilengkapi dengan pengaduk magnet dan termometer. Larutan terdiri dari 10 % (berat/volume) glukosa dan jumlah katalis H-ZA yang sesuai dengan perbandingan katalis: glukosa (1:50) dimasukkan dalam reaktor refluks. Larutan dipanaskan dengan penangas minyak/oli dan kecepatan pengadukan 300 rpm di atas *hot plate* (Morearu, dkk., 2010). Pengamatan dilakukan pada suhu 110 °C, 120 °C, dan 130 °C dengan variasi waktu 0, 1, 2, 3, dan 4 jam. Larutan hasil konversi pada variasi waktu dan suhu tersebut kemudian diambil aliquot dan diletakkan dalam wadah berisi es. Kemudian dilakukan analisis hasil konversi menggunakan metode polarimeter. Prosedur ini juga dilakukan terhadap isomerisasi tanpa katalis, dengan katalis zeolit hasil modifikasi (TiO_2 -H-ZA) dan serbuk TiO_2 . Reaksi masing-masing dilakukan dengan tiga kali pengulangan (secara triplo). Rangkaian isomerisasi glukosa ditunjukkan pada Gambar 3.1.



keterangan:

1. Statif
2. Klem
3. Kondensor
4. Termometer
5. *Oil bath*
6. *Magnetic stirrer*
7. *Hot plate*
8. Labu leher 3

Gambar 3.1 Rangkaian alat isomerisasi glukosa

3.5.6 Analisis Hasil Isomerisasi Glukosa dengan Polarimeter

3.5.6.1 Penentuan Sudut Putar Bidang Polarisasi Spesifik Glukosa dan Fruktosa

Penentuan sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa (α_{sg}) dilakukan dengan cara diukur sudut putar bidang polarisasi pada rentang konsentrasi glukosa/fruktosa yaitu 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 % dalam 25 mL aquades menggunakan polarimeter. Langkah yang sama dilakukan untuk penentuan sudut putar bidang polarisasi spesifik fruktosa (α_{sf}), kemudian dibuat grafik hubungan antara konsentrasi glukosa/fruktosa (sumbu X) dengan sudut putar bidang polarisasi glukosa/fruktosa (sumbu Y). Berdasarkan grafik tersebut dapat dilakukan linearisasi, sehingga didapat persamaan:

- a. Untuk glukosa

$$\alpha_{\text{obs}} = L \cdot \alpha_{\text{sg}} \cdot [\text{glukosa}] \dots\dots\dots (3.3)$$

- b. Untuk fruktosa

$$\alpha_{\text{obs}} = L \cdot \alpha_{\text{sf}} \cdot [\text{fruktosa}] \dots\dots\dots (3.4)$$

3.5.6.2 Penentuan Hasil Konversi Glukosa

Sampel yang ditentukan hasil konversi glukosa adalah hasil isomerisasi dengan katalis zeolit aktivasi (H-ZA) setiap pengamatan variasi suhu dan waktu reaksi. Sampel dipipet sebanyak 5 mL kemudian disentrifugase sampai jernih, dan dipisahkan endapan dan filtrat. Filtrat hasil isomerisasi glukosa dipipet 1 mL kemudian diencerkan dengan aquades dalam labu takar 25 mL. Langkah Selanjutnya diukur sudut putar bidang polarisasinya menggunakan polarimeter dihitung konsentrasi glukosa sisa. Prosedur ini juga dilakukan terhadap isomerisasi tanpa katalis, isomerisasi dengan zeolit hasil modifikasi (TiO₂-H-ZA), dan serbuk TiO₂, kemudian dihitung nilai konsentrasi sisa glukosa dan persentase konversi glukosa. Penentuan konsentrasi glukosa sisa dapat diperoleh dengan persamaan:

$$[\text{glukosa sisa}] = \frac{n \cdot \alpha_{(\text{obs})} - (\alpha_{(\text{sf})} \cdot L \cdot [\text{glukosa}]_0)}{L \cdot (\alpha_{(\text{sg})} - \alpha_{(\text{sf})})} \dots\dots\dots (3.5)$$

Keterangan:

α_{obs} = sudut putar bidang polarisasi observasi

α_{sg} atau α_{sf} = sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa atau fruktosa

L = panjang tabung polarimeter (2 dm)

[glukosa] atau [fruktosa] = konsentrasi glukosa atau fruktosa

n = faktor pengenceran

Selanjutnya konversi ditentukan dengan cara:

$$\% \text{Konversi} = \frac{\text{Konsentrasi glukosa awal} - \text{konsentrasi glukosa sisa}}{\text{Konsentrasi glukosa awal}} \times 100 \% \dots\dots (3.6)$$

3.5.7 Analisis Hasil Isomerisasi Glukosa dengan HPLC

Sampel yang menghasilkan konsentrasi glukosa sisa terendah merupakan glukosa dengan nilai konversi tertinggi. Sampel ini selanjutnya dianalisis dengan HPLC sehingga akan diketahui secara kualitatif dan kuantitatif senyawa hasil reaksi.

3.5.7.1 Preparasi Instrumen HPLC

Instrumen HPLC dikondisikan dengan memulai diinjeksikan pelarut aquabides sebanyak 20 μL pada 0,1 mL per menit dalam suhu operasi untuk meningkatkan laju alir 0,6 mL per menit dan dimungkinkan untuk menyeimbangkan selama 45 menit.

3.5.7.2 Pengukuran Standar dengan HPLC

Pengukuran standar dilakukan pada standar glukosa, fruktosa dan manosa. Langkah pertama disiapkan larutan standar dengan konsentrasi 1 % (b/v) dan diambil kira-kira 3 x volume sampel loop (3x20 μL). Sampel diinjeksikan dengan metode kran cuplikan. *Handle injector* dalam posisi *LOAD*, kemudian dimasukkan *syringe* dengan hati-hati dan jangan sampai ada gelembung udara, *syringe* dibiarkan tertancap pada injektor yang bertekanan. Setelah selesai akuisisi data kemudian *handle injector* digeser ke posisi *INJECT*. Selanjutnya dilakukan *running* sampel. Adapun kondisi HPLC yang digunakan adalah:

Kolom : *Aminex-HPX 87 C-BIORAD*

Ukuran : 300 X 7,8 mm

Fase Gerak : Akuabides

Suhu Kolom : 80 °C

Tekanan pompa : 3,2 (MPa)

<i>Flow Rate</i>	: 0,6 mL/menit
Elusi	: Isokratik
Detektor	: <i>Refractive Index Detector</i>

akan didapatkan kromatogram yang menggambarkan waktu retensi masing-masing komponen dalam glukosa, fruktosa dan manosa standar yang nantinya digunakan sebagai kromatogram standar untuk analisis sampel hasil konversi glukosa menjadi fruktosa.

3.5.7.3 Analisis Hasil Konversi (Selektivitas Fruktosa) dengan HPLC

Pengukuran hasil konversi dilakukan pada sampel hasil terbaik analisis dari polarimeter yang memberikan konsentrasi glukosa sisa paling rendah (konversi glukosa terbaik). Langkah pertama disiapkan larutan sampel dengan konsentrasi 1 % (b/v). Kemudian, disaring sampel dengan saringan *milipore* dan dilakukan *ultrasonic* untuk meminimalisir gelembung udara. Sampel diinjeksikan ke dalam injektor seperti perlakuan pada injeksi standar. Kondisi HPLC seperti pada standar.

3.6 Teknik Analisis Data

1. Analisis hasil konversi (selektivitas fruktosa) dengan HPLC

Metode HPLC dapat digunakan untuk analisis kualitatif sekaligus kuantitatif. Analisis kualitatif dengan membandingkan kromatogram sampel dengan kromatogram baku pembanding berdasarkan waktu retensinya. Sedangkan untuk analisis kuantitatif dapat digunakan dengan melihat persen (%) area relatif kromatogram dari glukosa, fruktosa dan manosa.

2. Kinetika reaksi

Kinetika reaksi ditentukan berdasarkan data hasil konversi metode polarimeter yaitu dengan menentukan konstanta laju, orde reaksi dan energi aktivasi. Laju reaksi dihitung berdasarkan laju pengurangan reaktan terhadap waktu. Orde reaksi ditentukan dengan cara metode diferensial yaitu membuat grafik antara waktu reaksi (sumbu X) dan konsentrasi sisa glukosa (sumbu Y) pada orde 0, orde 1, dan orde 2,

$$\text{Orde 0: } [A] = -kt + [A]_0 \dots\dots\dots (3.7)$$

$$r = k[A]^0$$

$$-\frac{d[A]}{dt} = k[A]^0$$

$$-\frac{d[A]}{dt} = k$$

$$-d[A] = k \cdot dt$$

$$\int_{[A]_0}^{[A]} d[A] = -k \int_0^t dt$$

$$[A] - [A]_0 = -k(t - 0)$$

$$[A] - [A]_0 = -kt, \text{ sehingga } [A] = -kt + [A]_0$$

$$\text{Orde 1: } \ln [A] = -kt + \ln [A]_0 \dots\dots\dots (3.8)$$

$$r = k[A]$$

$$-\frac{d[A]}{dt} = k[A]$$

$$-\frac{d[A]}{[A]} = k \cdot dt$$

$$\int_{[A]_0}^{[A]} \frac{d[A]}{[A]} = -k \int_0^t dt, \int \frac{dx}{x} = \ln x + \text{constant}$$

$$\ln \frac{[A]_0}{[A]} = kt, \text{ sehingga } \ln[A] = \ln[A]_0 - kt$$

$$\text{Orde 2: } 1/[A] = kt + 1/[A]_0 \dots\dots\dots (3.9)$$

$$r = k[A]^2$$

$$-\frac{d[A]}{dt} = k[A]^2$$

$$\frac{d[A]}{[A]^2} = -kdt$$

$$\int_{[A]_0}^{[A]} \frac{d[A]}{[A]^2} = -k \int_0^t dt, \int \frac{dx}{x^2} = -\frac{1}{x} + \text{constant}$$

$$\frac{1}{[A]_0} - \frac{1}{[A]} = kt, \text{ sehingga } \frac{1}{[A]} = \frac{1}{[A]_0} + kt$$

kemudian dilakukan linearisasi sehingga diketahui konstanta laju reaksi (k).

Orde reaksi ditunjukkan dengan nilai regresi tertinggi (mendekati 1). Nilai energi aktivasi (E_a) ditentukan dengan linearisasi konstanta laju reaksi (sumbu Y) dari orde reaksi dengan suhu (sumbu X) melalui persamaan Arrhenius (Chang, 2002).

$$k = Ae^{-E_a/RT},$$

$$\ln k = \left(-\frac{E_a}{R}\right)\left(\frac{1}{T}\right) + \ln A \dots\dots\dots (3.10)$$

3. Analisis Statistik

Data yang diperoleh berupa nilai konversi glukosa metode polarimeter untuk masing-masing variasi suhu 110 °C, 120 °C dan 130 °C dan waktu reaksi pada jam ke-0, 1, 2, 3 dan 4 jam dengan katalis H-ZA, TiO₂ dan TiO₂-HZA. Cara untuk mengetahui pengaruh perlakuan suhu, waktu dan jenis katalis dilakukan analisis deskriptif kualitatif dengan melihat hasil konversi terbaik dan deskriptif kuantitatif dengan analisis statistik. Analisis statistik rancangan yang digunakan

adalah rancangan acak faktorial. Sedangkan analisis hipotesis dilakukan dengan menggunakan uji M-ANOVA (*Multivariate Analysis of Variance*), dari uji M-ANOVA dapat diketahui pengaruh atau tidaknya masing-masing faktor perlakuan. Apabila ada pengaruh faktor perlakuan dilanjutkan dengan uji beda nyata terkecil (BNT), dari uji BNT dapat diketahui pengaruh nyata (signifikan) pada masing-masing variasi dari setiap perlakuan (Kusriningrum, 2008).



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Aktivasi Zeolit

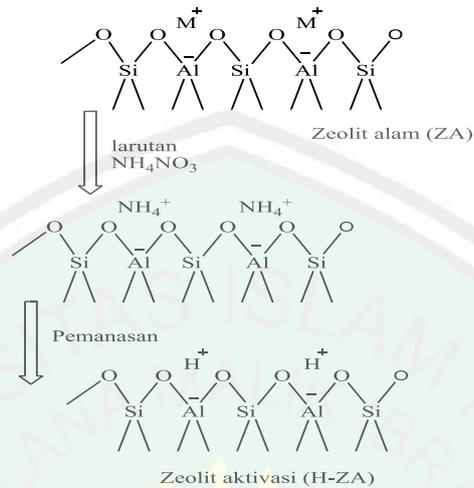
Aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan cara aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Aktivasi fisika dilakukan dengan cara pengecilan ukuran, pengayakan dan pemanasan yaitu zeolit dipreparasi dengan diayak hingga ≥ 200 mesh untuk memperoleh ukuran partikel yang seragam, kemudian direndam dalam aquades untuk memaksimalkan hilangnya pengotor, dan endapan dipanaskan untuk menguapkan air dalam zeolit. Aktivasi kimia dilakukan dengan penambahan larutan asam. Tujuan aktivasi kimia yaitu untuk memurnikan zeolit alam dari pengotor-pengotor yang dapat dipertukarkan seperti logam alkali dan alkali tanah (Setiadi dan Pertiwi, 2007), sehingga dapat meningkatkan karakter zeolit dan aktivitas katalis.

Aktivasi zeolit dilakukan dengan penambahan larutan amonium nitrat dalam zeolit dengan perbandingan berat zeolit : volume larutan NH_4NO_3 adalah 1 : 2. Campuran diaduk secara kontinyu selama 4 jam agar proses kontak lebih maksimal dan dilakukan tanpa pemanasan agar larutan amonium nitrat tidak terjadi penguapan. Penggunaan amonium nitrat berdasarkan penelitian Suharto (2007) bahwa ion NH_4^+ yang berasal dari amonium dapat menggantikan kation logam alkali (Na^+ , K^+) atau alkali tanah (Ca^{2+} , Ba^{2+}) yang terdapat dalam zeolit alam. Menurut Rosdiana (2006) garam NH_4NO_3 berfungsi sebagai penukar kation, sehingga ion “pengganggu” yang terdapat dalam zeolit dapat disubstitusi

dengan kation NH_4^+ pada permukaan zeolit. Kismolo, dkk. (2012) menambahkan bahwa aktivasi dengan garam-garam amonium mampu menghasilkan kapasitas tukar kation yang cukup tinggi pada ion Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , dan K^+ yang ada dalam zeolit. Aktivasi asam yang digunakan bukan dari golongan asam kuat seperti HCl , H_2SO_4 , karena menurut Ertan dan Ozkan (2005) perlakuan dengan asam kuat akan menyebabkan terjadinya kerusakan pada struktur kristal. Penelitian ini diharapkan hanya membersihkan ion pengganggu pada permukaan zeolit saja tanpa merusak struktur kristal zeolit. Aktivasi menyebabkan terjadinya proses pertukaran kation (*ion-exchange*) sehingga dihasilkan NH_4 -Zeolit. Adapun mekanisme reaksi pertukaran dengan ion amonium adalah :



Langkah selanjutnya zeolit yang diperoleh dicuci dengan aquades sampai pH filtrat netral agar kation-kation pengotor hasil penukar kation dengan NH_4^+ dan anion NO_3^- yang terlepas dari NH_4NO_3 hilang dari zeolit. Residu hasil aktivasi dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ dalam oven selama 12 jam. Fungsi pemanasan adalah untuk menguapkan NH_3 yang terdapat dalam zeolit sehingga akan dihasilkan situs asam (Trisunaryanti, 2009). Penelitian Banon dan Suharto (2008), adanya pemanasan menyebabkan molekul amoniak (NH_3) terlepas (t.d NH_3 -33°C) karena penguraian ion amonium (NH_4^+) pada permukaan zeolit, sehingga menjadi ion-ion hidrogen (H^+) seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pergerakan amonium sebagai bahan aktivasi zeolit (Banon dan Suharto, 2008)

Adanya aktivasi ini dapat mempermudah pertukaran ion (*ion-exchange*) dengan logam pada saat modifikasi zeolit melalui dispersi, karena ion H⁺ lebih mudah dipertukarkan daripada ion logam alkali dan alkali tanah. Hal ini sesuai penelitian Handoko (2000) dalam Maryani (2010) bahwa urutan kapasitas pertukaran kation adalah sebagai berikut: H-Zeolit > Na-Zeolit > NH₄-Zeolit > zeolit tanpa perlakuan, sehingga zeolit sebagai katalis akan memiliki aktivitas katalis atau daya kerja lebih baik daripada zeolit tanpa aktivasi. Hasil yang diperoleh zeolit berwarna abu-abu keputihan. Hasil zeolit aktivasi ini selanjutnya disebut H-Zeolit Alam (H-ZA).

4.2 Dispersi TiO₂ pada Zeolit Alam Teraktivasi

Modifikasi zeolit dilakukan untuk mendapatkan sifat-sifat katalis seperti luas permukaan dan keasaman lebih baik agar aktivitas katalisnya lebih tinggi. Modifikasi zeolit dilakukan dengan dispersi TiO₂ anatase pada zeolit teraktivasi. Langkah yang dilakukan adalah zeolit hasil aktivasi (H-ZA) dicampur dengan

larutan TiO_2 . Campuran diaduk selama 2 jam untuk memaksimalkan proses distribusi logam dalam permukaan pori zeolit, kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ dalam oven selama 12 jam. Menurut Fernandez (2010) penggunaan metode hidrotermal dapat meningkatkan daya larut dari padatan dan kecepatan reaksi antar padatan, sehingga difusi TiO_2 pada pori zeolit menjadi lebih cepat. Penggunaan air pada metoda hidrotermal harus dilakukan pada sistem tertutup, hal ini dikarenakan untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan, sehingga komposisi reaktan dalam sintesis tidak berkurang. Adanya pemanasan pada suhu mendekati titik didih air menyebabkan terbentuk uap air yang tetap tertahan di dalam sistem atau disuplai secara terus-menerus dari luar sistem (Stowell, 1992 dalam Fajari, 2006).

Adanya proses hidrotermal menyebabkan terjadinya pembentukan inti kerangka zeolit, sehingga pada saat proses kalsinasi akan tumbuh menjadi kristal zeolit (Barer, 1982). Perlakuan hidrotermal juga berfungsi membantu menyeragamkan ukuran kristal atau menaikkan homogenitas katalis, sehingga meminimalkan terjadinya sintering. Sintering merupakan proses pemadatan sekumpulan serbuk pada suhu tinggi tetapi masih di bawah titik leburnya (Ristic, 1989 dalam Sijabat, 2007). Sintering dapat menutup situs aktif pada permukaan pori zeolit.

Hasil yang diperoleh dari proses hidrotermal didiamkan selama 24 jam untuk meningkatkan derajat kristalinitas katalis. Katalis yang dihasilkan disaring kemudian dioven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam untuk menghilangkan air dan

diperoleh hasil zeolit berwarna abu-abu keputihan. Selanjutnya katalis diaktivasi dengan cara kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam dalam tanur (*furnace*). Kalsinasi dapat berfungsi sebagai *chemical transformation* yaitu seperti merubah bentuk awal amorf zeolit menjadi lebih kristalin, dan sebagai *chemical decomposition* yaitu dapat membuang senyawa-senyawa tidak stabil pada suhu tinggi (*carbonates, hydroxides, or organic compounds*) yang tidak diperlukan dalam zeolit, serta *chemical bonding support* yaitu menata kembali ikatan-ikatan dalam kerangka zeolit untuk pemantapan kerangka padatan (Deutschmann, dkk., 2009).

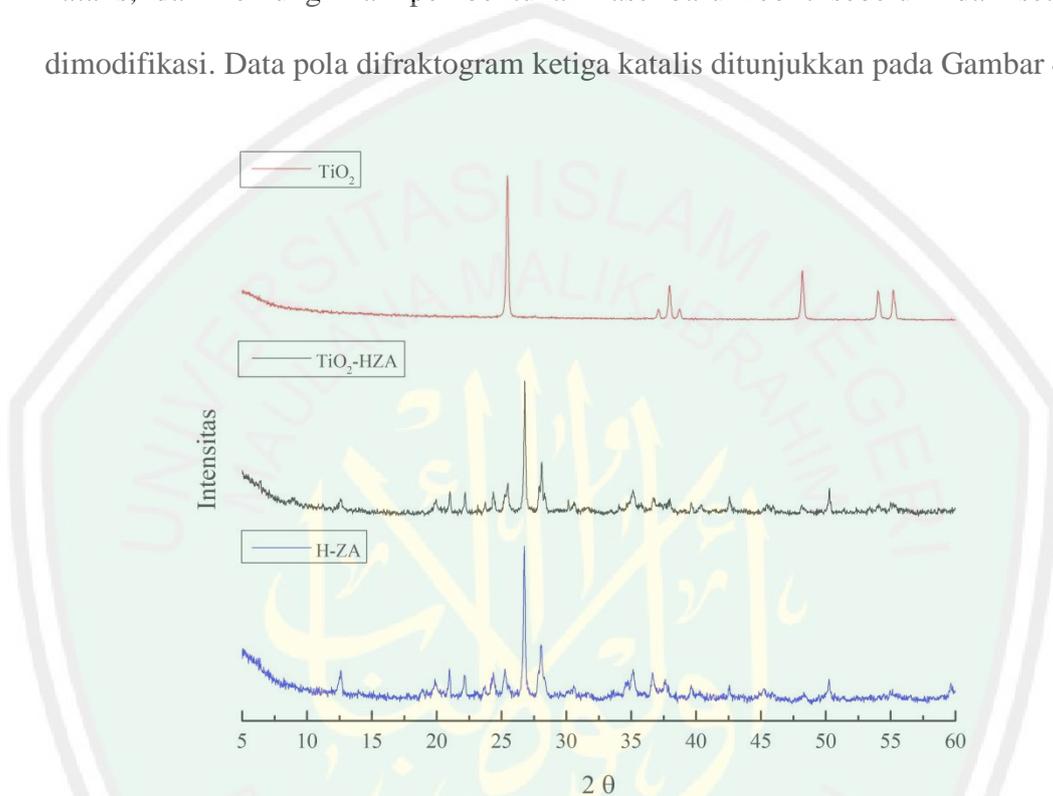
Penggunaan suhu kalsinasi 500 °C didasarkan karena menurut Dyer (1988) menunjukkan bahwa zeolit mordenit kemampuan stabilitas termalnya cukup tinggi sampai suhu 800-900 °C. Zeolit alam Malang banyak mengandung zeolit jenis mordenit. Penelitian Suharto (2007) menyatakan bahwa proses kalsinasi pada suhu 500 °C menghasilkan katalis bifungsional dan tidak terjadi sintering pada zeolit. Sundaryono dan Budiyanto (2008) juga melakukan proses kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam dan katalis terdistribusi merata. Hasil dari kalsinasi zeolit berubah dari abu-abu keputihan menjadi kuning kecoklatan. Tahap ini katalis disebut TiO₂-HZA.

4.3 Karakterisasi

4.3.1 Analisis Fase Kristal Katalis dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada katalis zeolit alam Malang aktivasi (H-ZA), zeolit modifikasi dengan TiO₂ (TiO₂-HZA), dan TiO₂. Hasil

XRD dianalisis secara kualitatif untuk mengidentifikasi fase kristal, kristalinitas katalis, dan kemungkinan pembentukan fase baru zeolit sebelum dan setelah dimodifikasi. Data pola difraktogram ketiga katalis ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram karakterisasi XRD

Menurut Botianovi (2012) dan Laniwati (2007) zeolit alam Malang banyak mengandung zeolit jenis mordenit. Hasil zeolit setelah diaktivasi muncul puncak-puncak dengan intensitas tinggi karakteristik dari mordenit yaitu pada $2\theta = 12,64^\circ; 19,89^\circ; 20,97^\circ; 22,17^\circ; 24,39^\circ; 25,26^\circ; \text{ dan } 26,74^\circ$. Hal ini memiliki kemiripan berdasarkan standar mordenit yaitu $13,45^\circ; 13,83^\circ; 19,61^\circ; 22,20^\circ; 25,63^\circ; 27,67^\circ; \text{ dan } 27,87^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001), sedangkan puncak khas untuk mordenit terdapat pada tiga puncak yang paling tertinggi yaitu pada $2\theta = 22,20^\circ; 25,63^\circ; \text{ dan } 27,68^\circ$ (JCPDS no 700232). Hasil difraktogram TiO_2 intensitas tertinggi muncul pada $2\theta = 25,44^\circ; 37,90^\circ; 48,17^\circ \text{ dan } 54,00^\circ$ yang

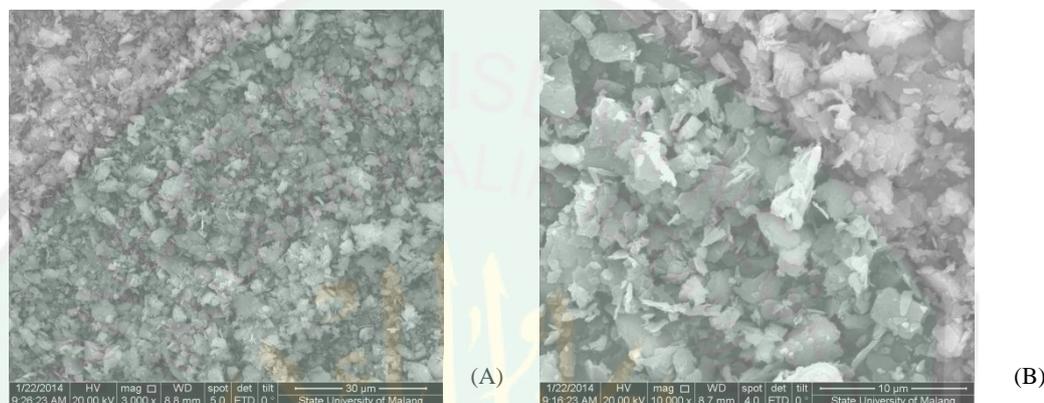
merupakan karakteristik mineral anatase sesuai database standar fase anatase 25,4°; 37,8°; 48,0° dan 54,5° (JCPDS no 21-1272).

Difraktogram TiO₂-HZA tidak terlihat refleksi TiO₂ secara jelas. Hal ini karena tumpang tindihnya refleksi TiO₂ dengan zeolit aktivasi. Puncak tumpang tindih yaitu pada daerah $2\theta = 25,63^\circ$; 48°; 54° dan 55° yang disebabkan oleh refleksi TiO₂ anatase. Tumpang tindih ini menaikkan intensitas puncak khas tersebut. Modifikasi zeolit dengan TiO₂ menunjukkan tidak adanya perubahan puncak yang berarti, tidak terbentuk puncak baru atau pergeseran puncak. Hal ini menunjukkan tidak ada pembentukan senyawa baru, sehingga adanya TiO₂ tidak sampai merusak struktur zeolit. Hal tersebut didukung dengan adanya puncak $2\theta = 20^\circ - 30^\circ$ yang relatif sama antara H-ZA dengan TiO₂-HZA. Proses dispersi TiO₂ dan perlakuan kalsinasi suhu 500 °C menyebabkan terjadi peningkatan intensitas puncak-puncak utama dan penurunan/penghilangan puncak pengotor pada difraktogram, yang berarti kristalinitas katalis meningkat. Penghilangan fasa *amorphus non framework* ini menyebabkan karakter kristal katalis lebih murni/lebih menonjol (Trisunaryanti, 2005).

4.3.2 Analisis Morfologi dan Kandungan Unsur dengan SEM-EDAX

Analisis katalis dengan SEM-EDAX bertujuan untuk melihat morfologi permukaan katalis dan kandungan unsur-unsur pada permukaan tersebut. Morfologi permukaan padatan zeolit modifikasi dengan TiO₂ (TiO₂-HZA) dapat diketahui topologinya meliputi tekstur dan dispersi dari logam yang

dimodifikasikan pada zeolit alam Malang. Data ini sebagai data pendukung dari analisis XRD bahwa TiO_2 telah terdispersi pada permukaan zeolit. Hasil SEM dengan beberapa perbesaran dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Morfologi TiO_2 -HZA (a) perbesaran 3000x, (b) perbesaran 10.000x

Hasil Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pada permukaan katalis bentuk kristal tidak seragam (tidak homogen). Hal ini menunjukkan bahwa zeolit dalam fase kristal yang bercampur dengan fase amorf sesuai dengan hasil XRD. Adanya dispersi TiO_2 tidak dapat diamati dengan jelas, hal ini disebabkan kemiripan bentuk geometri dari TiO_2 dan zeolit alam yang tetrahedral. Analisis menggunakan SEM yang dilengkapi EDAX dapat menghasilkan elemen-elemen penyusun pada sampel yaitu unsur-unsur yang ada pada zeolit alam modifikasi dengan TiO_2 . Hasil analisis *Energy Dispersive Analysis X-Ray* (EDAX) diperoleh persen berat dan persen atom unsur yang terdapat pada sampel TiO_2 -HZA seperti ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil analisis unsur-unsur zeolit alam modifikasi TiO₂

Elemen	Wt%	At%
O	43,57	59,48
<i>Na</i>	03,28	03,12
<i>Mg</i>	02,82	02,54
<i>Al</i>	11,96	09,68
<i>Si</i>	24,63	19,15
K	02,35	01,31
<i>Ca</i>	00,84	00,46
Ti	02,36	01,08
<i>Fe</i>	08,19	03,20

Keterangan:

Wt% : jumlah persen berat unsur dalam sampel TiO₂-HZA

At% : jumlah persen atom dalam sampel TiO₂-HZA

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa terdapat Ti yang telah didispersikan sebesar 2,36 % (berat unsur) dan 1,08 % (berat atom). Jumlah persen terbesar pada sampel zeolit alam sesuai hasil EDAX adalah Al, Si dan O, karena atom Al, Si dan O merupakan kandungan utama dari zeolit. Selain penyusun utama zeolit dan TiO₂ juga masih terdapat pengotor-pengotor lain seperti Na, Mg, Ca, K.

Berdasarkan hasil SEM-EDAX ini menunjukkan bahwa dispersi zeolit alam dengan TiO₂ telah berhasil. TiO₂ telah terdispersi pada permukaan zeolit alam tanpa merubah atau merusak struktur kerangka zeolit. Katalis TiO₂-HZA ini selanjutnya dapat digunakan untuk uji aktivitas katalis pada reaksi isomerisasi glukosa.

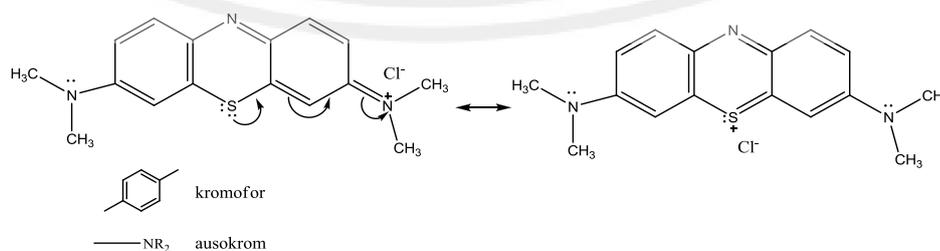
4.3.3 Analisis Luas Permukaan Katalis dengan Adsorpsi *Methylen Blue*

Penentuan luas permukaan katalis adalah salah satu faktor yang diperlukan dalam proses reaksi katalisis heterogen. Luas permukaan katalis yang tinggi akan memberikan luas kontak yang besar antara molekul reaktan dengan katalis, sehingga akan berpengaruh terhadap proses reaksi secara keseluruhan untuk

menghasilkan suatu produk yang lebih besar. Penentuan luas permukaan dengan adsorpsi *methylen blue* dapat menentukan kapasitas adsorpsi katalis. Menurut Kaewprasit, dkk. (1998) dalam metode ini suatu katalis padatan dianggap padatan monolayer. Pendekatan luas permukaan dengan *methylen blue* yaitu setiap 1 molekul *methylen blue* sebesar $197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ yang mengisi volume pori katalis padatan atau jumlah *methylen blue* yang teradsorpsi oleh pori sama dengan luas permukaan katalis tersebut.

4.3.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

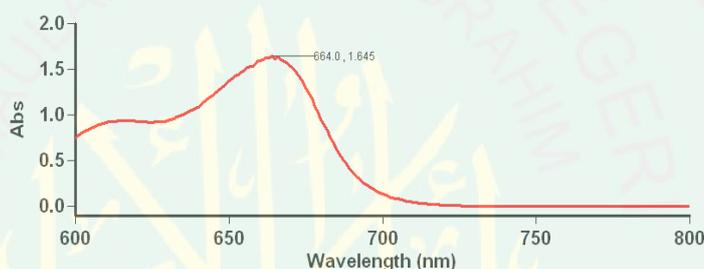
Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis pada larutan *methylen blue* 8 ppm ($\lambda = 600-680$). Analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul, sehingga menghasilkan transisi elektromagnetik. Energi dari transisi elektromagnetik ini yang dibaca sebagai absorbansi. *Methylen blue* dapat diukur dengan spektrofotometer UV-Vis karena merupakan senyawa berwarna yang memiliki gugus kromofor dan ausokrom (Gambar 4.4), sehingga dapat diserap oleh UV-Vis.



Gambar 4.4 Struktur *methylen blue*

Pengukuran panjang gelombang maksimum bertujuan untuk mencari panjang gelombang yang optimum untuk digunakan pada pengukuran selanjutnya.

Hal ini didasarkan bahwa setiap senyawa memiliki panjang gelombang tertentu. Penggunaan pengukuran pada λ_{maks} dihasilkan kepekaan analisis maksimal karena perubahan absorbansi untuk setiap satuan konsentrasi adalah yang paling besar (memberikan absorbansi maksimal), dan pada kondisi λ_{maks} hukum Lambert-Beer terpenuhi. Panjang gelombang maksimum diperoleh dari hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang seperti ditunjukkan pada Gambar 4.5.



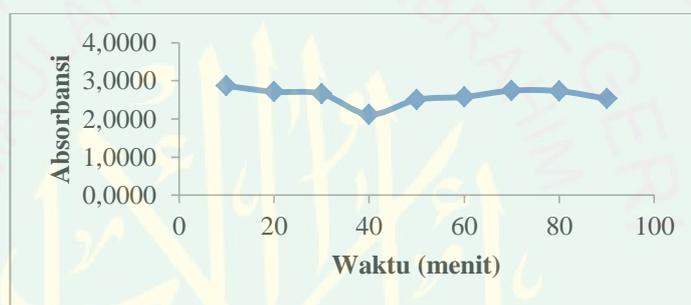
Gambar 4.5 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang *methylen blue*

Hasil yang diperoleh dari pengukuran panjang gelombang maksimum *methylen blue* adalah 664,0 nm. Menurut Rianto (2012) λ_{maks} *methylen blue* adalah 664,9 nm sedangkan menurut Chang, dkk. (2004) adalah 664 nm, sehingga hasil ini tidak terpaut jauh. Penyerapan maksimum pada panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa *methylen blue* terletak pada daerah sinar tampak dengan warna komplementer atau warna yang tampak oleh mata yaitu warna biru, sedangkan warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah (Day dan Underwood, 2002).

4.3.3.2 Penentuan Kestabilan Kompleks *Methylen Blue* (Waktu Operasional)

Tahap ini bertujuan untuk mencari nilai absorbansi maksimum yang cenderung stabil pada waktu tertentu. Penentuan kestabilan larutan kompleks

methylen blue terhadap waktu dilakukan pada rentang waktu 10-90 menit dengan interval 10 menit pada panjang gelombang maksimum. Waktu kestabilan merupakan waktu pembacaan alat dengan nilai absorbansi yang stabil. Hal ini dapat ditentukan melalui perbandingan antara waktu pengukuran dengan absorbansi. Grafik pengaruh variasi waktu terhadap absorbansi senyawa *methylen blue* ditunjukkan pada Gambar 4.6.



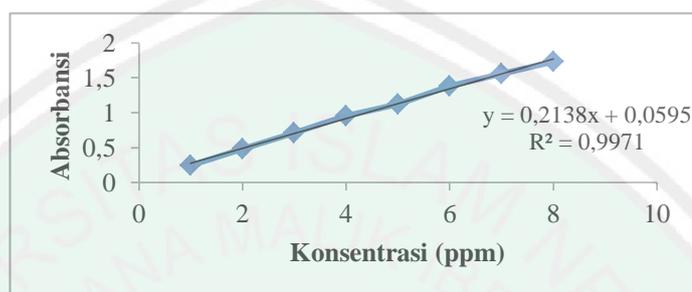
Gambar 4.6 Waktu kestabilan *methylen blue*

Gambar 4.6. menunjukkan bahwa larutan *methylen blue* cenderung stabil pada waktu 50-80 menit. Variasi waktu berpengaruh terhadap nilai absorbansi dari *methylen blue*. Data waktu kestabilan ini selanjutnya digunakan untuk penentuan kurva baku agar diperoleh pembacaan nilai absorbansi oleh alat yang stabil.

4.3.3.3 Penentuan Kurva Baku

Penentuan kurva baku dilakukan dengan membuat berbagai konsentrasi larutan *methylen blue* yakni 1-8 ppm. Pembuatan kurva baku bertujuan untuk menentukan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi *methylen blue*. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat

penyerap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan, dari perlakuan tersebut didapatkan kurva baku seperti Gambar 4.7 .



Gambar 4.7 Kurva baku *methylen blue* konsentrasi 1–8 ppm

Berdasarkan Gambar 4.7 ditunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi yang digunakan berbanding lurus dengan absorbansinya. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer. Berdasarkan kurva baku tersebut didapatkan persamaan $y = 0,2138x + 0,0595$, dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi *methylen blue*. Persamaan kurva baku ini dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan *methylen blue* hasil sisa yang tidak diadsorpsi oleh katalis pada analisis luas permukaan.

4.3.3.4 Penentuan Luas Kontak Maksimum Katalis dan Luas Permukaan Katalis

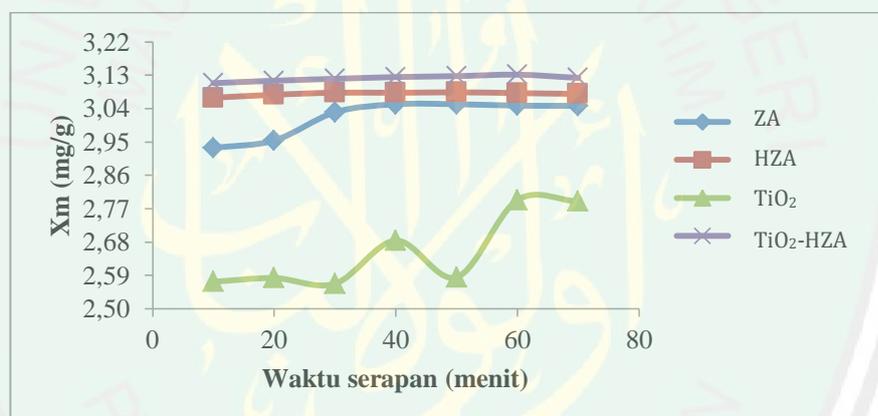
Penentuan luas permukaan metode adsorpsi larutan *methylen blue* dapat diperoleh dengan mengukur absorbansi *methylen blue* sisa yang tidak diadsorpsi oleh katalis, sehingga konsentrasi *methylen blue* yang diadsorpsi oleh pori-pori katalis dapat diketahui. Nilai ini sebanding dengan luas permukaan katalis. Langkah yang dilakukan adalah katalis dimasukkan dalam larutan *methylen blue*, kemudian dishaker. Pengocokan dilakukan pada variasi waktu 10-70 menit (interval 10) dengan tujuan untuk mengetahui waktu kontak maksimal katalis

dalam mengadsorb *methylen blue*. Pengocokan yang dilakukan bertujuan agar proses difusi *methylen blue* terhadap katalis dapat masuk ke dalam pori. Jika fase cair yaitu larutan *methylen blue* dalam keadaan diam, maka proses difusi akan berlangsung lambat dan memerlukan waktu yang lama.

Proses adsorpsi yang terjadi diawali dengan proses difusi *methylen blue* (adsorbat) ke dalam pori katalis (adsorben), kemudian adanya interaksi antara molekul adsorbat dengan adsorben. Proses interaksi terjadi karena beberapa kemungkinan. Pertama adanya *ion-exchange* H-ZA atau TiO_2 -HZA dengan *methylen blue*, sehingga muatan negatif pada kerangka tetrahedral alumina terjadi interaksi elektrostatik dengan muatan positif *methylen blue* yaitu pada atom S ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{S}^+$) dan pada amonium kuarterner pada N (Simoncic dan Armbruster, 2005). Muatan positif pada N atau S karena adanya resonansi seperti Gambar 4.4. Kedua, Menurut Bissada, dkk. (1967) dan Canli, dkk. (2005) adsorpsi oleh pori-pori zeolit akan terjadi karena interaksi antara gugus hidroksil pada permukaan zeolit dengan muatan positif *methylen blue* yaitu $\text{OH}^+ \cdots \text{S}$ atau ikatan hidrogen antar molekul yaitu $\text{OH}^+ \cdots \text{N}$. Menurut Simoncic dan Armbruster (2005) adsorpsi *methylen blue* pada zeolit terjadi karena adanya pembentukan ikatan hidrogen $\text{CH}^+ \cdots \text{O}$ dari kerangka zeolit mordenit. CH dari molekul *methylen blue*, sedangkan O dari kerangka pada permukaan zeolit mordenit.

Katalis yang telah mengadsorb *methylen blue* dipisahkan. Pemisahan antara suspensi dan filtrat yang mengandung sisa *methylen blue* dilakukan dengan

cara sentrifugasi untuk menghindari terjadinya adsorpsi zat warna sisa oleh kertas saring. Filtrat sisa *methylen blue* diukur absorbansinya dengan UV-Vis pada λ_{maks} . Konsentrasi *methylen blue* sisa dihitung dari hasil pengukuran berdasarkan persamaan linear dari kurva standar (baku). Berat *methylen blue* teradsorpsi (X_m) oleh katalis (mg/g) yaitu selisih konsentrasi larutan *methylen blue* sebelum diadsorpsi oleh adsorbat dan konsentrasi *methylen blue* setelah diadsorpsi oleh adsorbat. Pola X_m pada beberapa katalis ditunjukkan oleh Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Pola hubungan *methylen blue* teradsorpsi dengan waktu kontak

Berdasarkan luas kontak pada Gambar 4.8 dapat diketahui pola adsorpsi katalis pada variasi waktu. Serapan optimal katalis ZA dan H-ZA adalah pada waktu 50-60 menit, sedangkan TiO₂ dan TiO₂-HZA adalah 60 menit. Adsorpsi pada menit awal terlihat bahwa luas permukaan masih rendah, semakin lama waktu kontak luas permukaan semakin meningkat. Setelah waktu optimum daya serap katalis ZA, H-ZA dan TiO₂-HZA menunjukkan serapan yang konstan jika dibandingkan dengan waktu sebelumnya. Adsorpsi pada menit berikutnya tidak menunjukkan perbedaan serapan yang berarti. Keadaan ini diperkirakan bahwa katalis telah jenuh oleh molekul adsorbat yaitu telah tercapai kesetimbangan atau

kecepatan adsorpsi dan desorpsi adalah sama. Berdasarkan nilai berat adsorpsi *methylen blue* (X_m) dapat diketahui nilai luas permukaan katalis pada daerah waktu kontak maksimum yaitu pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Nilai luas permukaan katalis

Katalis	Luas permukaan (m^2/g)	
	50 menit	60 menit
Zeolit alam preparasi (ZA)	11,3042	11,2893
Zeolit aktivasi (H-ZA)	11,4229	11,4149
Zeolit modifikasi (TiO_2 -HZA)	11,5843	11,5987
TiO_2	09,5751	10,3462

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui luas permukaan katalis meningkat dari $TiO_2 < ZA < H-ZA < TiO_2$ -HZA. Nilai ini membuktikan, adanya aktivasi zeolit dengan NH_4NO_3 mampu meningkatkan luas permukaan katalis, hal ini disebabkan hilangnya pengotor-pengotor yang dapat dipertukarkan selama aktivasi, sehingga zeolit lebih murni dan ukurannya lebih seragam. Perlakuan dispersi zeolit alam dengan TiO_2 juga mampu meningkatkan luas permukaan katalis. Menurut Nugrahaningtyas (2011) bahwa adanya penambahan prekursor yaitu dalam hal ini TiO_2 mampu meningkatkan luas permukaan spesifik dan volume total pori. Menurut Rodiansono (2007), prekursor dapat menyumbangkan volume total pori dalam mengadsorb, sehingga luas permukaan akan meningkat, akan tetapi konsekuensinya adalah prekursor dapat menutupi pori pengembangan. Menurut Nugrahaningtyas, dkk. (2011), banyaknya logam yang teremban dalam pori pengembangan akan memberikan situs aktif yang besar apabila didukung dengan dispersi logam yang merata. Dispersi logam yang tidak merata menyebabkan penumpukan logam dan penutupan pori pengembangan oleh logam sehingga luas

permukaan katalis kecil. Luas permukaan yang semakin besar menunjukkan bahwa volume total pori dan situs aktif katalis meningkat serta ukuran pori katalis semakin seragam, sehingga akan meningkatkan daya adsorpsi dan aktivitas katalis.

4.3.4 Analisis Keasaman Katalis dengan Adsorpsi Amoniak

Sifat keasaman katalis merupakan karakter penting dan menentukan aktivitas katalis. Tingkat keasaman ditentukan oleh situs-situs aktif dalam katalis yang nantinya berperan dalam proses katalitik. Keasaman yang diukur adalah keasaman total yang dinyatakan dengan jumlah milimol asam per satuan berat atau luas permukaan.

Analisis dilakukan secara gravimetri yaitu dengan mengukur selisih berat antara amoniak pada zeolit yang teradsorb dengan zeolit tanpa amoniak. Katalis diletakkan di atas kaca arloji yang telah diketahui beratnya tanpa air. Katalis kemudian dimasukkan dalam desikator berisi amoniak dan didiamkan selama 24 jam agar terjadi adsorpsi maksimum. Berat katalis yang mengadsorb amoniak ditimbang setelah diangin-anginkan selama 4 jam agar terjadi kesetimbangan adsorpsi amoniak pada katalis. Penimbangan secara langsung dikhawatirkan amoniak yang tidak ikut teradsorb masih akan menguap dan beratnya tidak konstan. Amoniak dalam fasa gas akan diadsorb oleh permukaan padatan katalis, sehingga situs aktif padatan bereaksi dengan amoniak. Adanya basa amoniak yang teradsorb pada katalis mengakibatkan terjadinya reaksi pembentukan ion ammonium (NH_4^+) (Yusnani, 2008) :



Jumlah NH_3 yang diadsorb ekuivalen dengan jumlah asam pada permukaan padatan. Penentuan jumlah situs asam dengan amoniak memberikan jumlah situs asam total katalis dengan asumsi bahwa ukuran molekul NH_3 yang kecil memungkinkan masuk sampai ke pori-pori katalis. Menurut Trisunaryanti (2009) zeolit dapat digunakan sebagai katalis karena memiliki situs asam Brønsted dan Lewis. Situs asam Brønsted adalah situs yang dapat melepaskan H^+ sedangkan situs asam Lewis adalah situs yang dapat menerima pasangan elektron. Menurut Gervasini, dkk. (2000) dalam Hidayah (2004) ikatan yang dibentuk NH_3 dengan situs-situs asam dalam zeolit meliputi beberapa cara antara lain transfer proton dari gugus hidroksil pada permukaan pengemban ke adsorbat dan terjadi dengan situs asam Brønsted. Cara yang kedua yaitu dengan membentuk koordinasi dengan kation-kation logam (situs asam Lewis) melalui pendonoran pasangan elektron bebas dari adsorbat (NH_3). Cara terakhir yang merupakan cara yang paling lemah yaitu dengan pembentukan ikatan hidrogen. Data keasaman total dari katalis ditunjukkan oleh Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil uji keasaman katalis

Katalis	Keasaman total (mmol/gram)
Zeolit alam preparasi (ZA)	1,4983
Zeolit aktivasi (H-ZA)	2,3144
Zeolit modifikasi (TiO_2 -HZA)	2,7007
TiO_2	1,2186

Nilai keasaman pada Tabel 4.3 diperoleh bahwa zeolit alam preparasi mempunyai tingkat keasaman yang rendah. Adanya perlakuan aktivasi dengan

amonium nitrat menyebabkan nilai keasaman total meningkat. Nilai keasaman TiO_2 adalah yang paling rendah, setelah zeolit dimodifikasi dengan TiO_2 keasaman semakin meningkat. Menurut Nugrahaningtyas, dkk. (2009) meningkatnya keasaman dipengaruhi oleh ion H^+ pada kerangka zeolit dari proses pemanasan NH_4 -zeolit menjadi H-zeolit dengan melepaskan gas NH_3 .

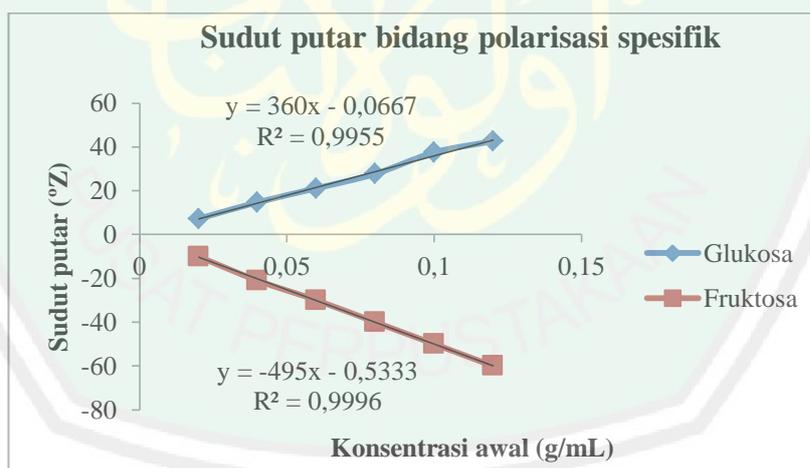
Adanya perlakuan modifikasi zeolit juga dapat meningkatkan nilai keasaman. Peningkatan ini disebabkan pada proses modifikasi terdapat perlakuan dispersi zeolit dengan TiO_2 , hidrotermal, dan kalsinasi. Menurut Trisunaryanti (2005) keasaman zeolit dapat ditingkatkan dengan cara pengembanan logam-logam transisi yang memiliki orbital d belum terisi penuh. Logam-logam ini secara langsung dapat berfungsi sebagai katalis tanpa diimbangkan terlebih dahulu pada pengembanan, tetapi memiliki kelemahan, diantaranya luas permukaan yang relatif kecil, dan selama proses katalitik dapat terjadi penggumpalan.

Adanya logam titanium yang teremban dalam pori zeolit memiliki elektron tak berpasangan pada orbital d-nya. Elektron tersebut memiliki peran sebagai akseptor pasangan elektron dari basa adsorbatnya. Berdasarkan penelitian Nugrahaningtyas, dkk. (2009), logam mampu menyumbangkan situs asam Lewis sehingga memberikan kontribusi dalam meningkatkan keasaman zeolit modifikasi titanium. Peningkatan nilai keasaman menunjukkan bahwa terdapat situs-situs aktif katalis yang meningkat, sehingga akan meningkatkan nilai aktivitas dari katalis. Isomerisasi glukosa menjadi fruktosa menurut Moliner, dkk. (2010) pada kondisi asam selektivitasnya meningkat.

4.4 Penentuan Aktivitas Katalitik pada Reaksi Isomerisasi Glukosa

4.4.1 Penentuan Sudut Putar Bidang Polarisasi Spesifik Glukosa dan Spesifik Fruktosa

Penentuan sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa (α_{sg}) dan spesifik fruktosa (α_{sf}) dilakukan untuk mengkalibrasi sudut putar bidang polarisasi spesifik karena peralatan dan kondisi pengukuran pada saat penelitian tidak sama dengan data literatur. Penentuan sudut putar bidang polarisasi spesifik dilakukan dengan cara diukur pada rentang konsentrasi glukosa/fruktosa yang berbeda yaitu 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 % menggunakan polarimeter. Hasil yang diperoleh kemudian dibuat grafik sumbu X-Y, dimana sumbu X adalah konsentrasi glukosa/fruktosa dan sumbu Y adalah sudut putar bidang polarisasi (α_{obs}).



Gambar 4.9 Sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa dan fruktosa

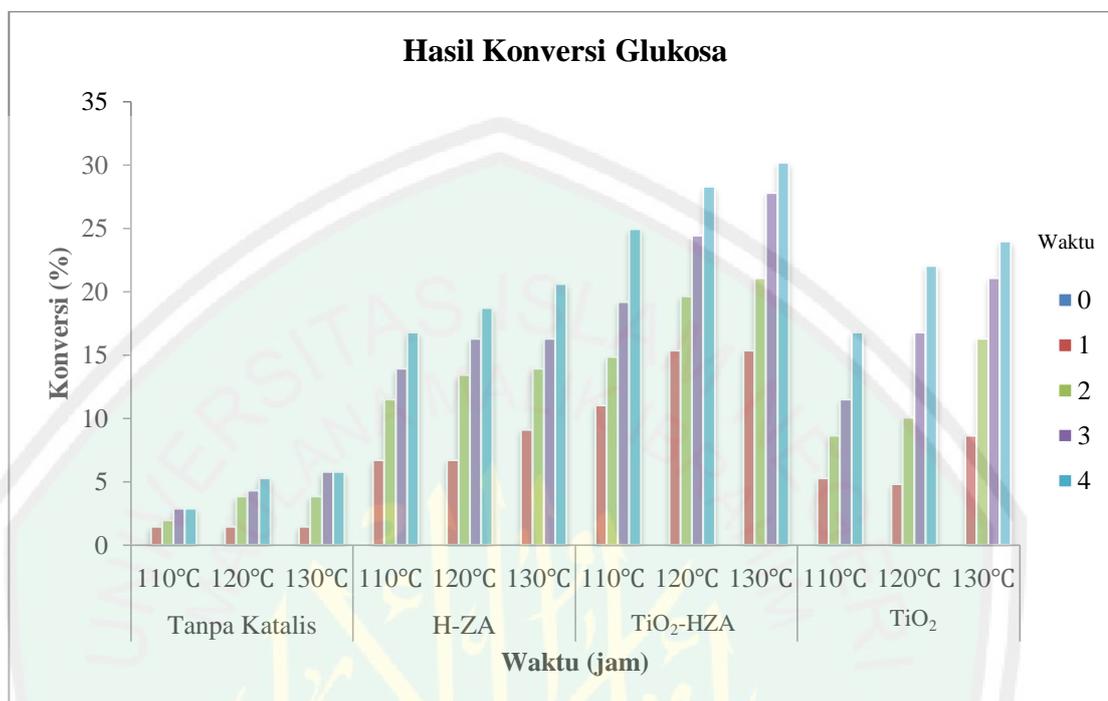
Berdasarkan grafik pada Gambar 4.9 dilakukan linearisasi menggunakan Persamaan 3.3 dan 3.4, sehingga diperoleh sudut putar bidang polarisasi spesifik glukosa (α_{sg}) sebesar +180, dan spesifik fruktosa (α_{sf}) sebesar -247,5. Glukosa bernilai positif karena memiliki sifat memutar bidang polarisasi ke kanan, sedangkan fruktosa bernilai negatif karena memiliki sifat memutar bidang

polarisasi ke kiri. Nilai sudut putar bidang polarisasi spesifik ini kemudian digunakan untuk menentukan konsentrasi sisa glukosa hasil konversi.

4.4.2 Isomerisasi Glukosa

Isomerisasi glukosa dilakukan untuk mengetahui aktivitas katalis berdasarkan hasil konversi glukosa dan selektivitas fruktosa yang dihasilkan. Reaksi dilakukan dengan metode *batch*. Metode *batch* merupakan proses reaksi dengan mencampurkan reaktan sekaligus dalam sebuah wadah yang dilengkapi dengan pengadukan dan dibiarkan bereaksi selama periode waktu tertentu sampai dicapai tingkat konversi yang diinginkan. Reaksi dilakukan tanpa katalis dan memakai katalis zeolit alam hasil aktivasi (H-ZA), zeolit hasil modifikasi dengan TiO_2 (TiO_2 -HZA), dan TiO_2 . Penggunaan katalis bertujuan meningkatkan laju reaksi karena adanya penurunan energi aktivasi dibanding reaksi tanpa katalis.

Langkah yang dilakukan yaitu dengan mencampurkan reaktan larutan glukosa 10 % dan katalis 1 gram dengan pengadukan pada variasi waktu yaitu 0, 1, 2, 3 dan 4 jam dan variasi suhu yaitu 110 °C, 120 °C dan 130 °C secara triplo. Konversi glukosa dapat diketahui dengan menentukan konsentrasi sisa glukosa hasil isomerisasi, yaitu dengan mengukur sudut putar bidang polarisasinya menggunakan polarimeter. Nilai sudut putar polarisasi kemudian dimasukkan pada Persamaan 3.5 untuk mengetahui konsentrasi sisa glukosa hasil isomerisasi. Konversi dapat diperoleh dari selisih konsentrasi glukosa akhir-awal dibandingkan dengan glukosa awal. Hasil konversi glukosa dengan variasi suhu dan waktu pada ketiga jenis katalis ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Hasil konversi glukosa pada ketiga jenis katalis metode polarimeter

Hasil konversi glukosa pada Gambar 4.10 merupakan nilai hasil konversi rata-rata dari tiga kali pengulangan. Adanya peningkatan waktu dan suhu pada masing-masing katalis diikuti oleh peningkatan hasil konversi glukosa. Reaksi yang dilakukan tanpa katalis menunjukkan tidak ada perubahan yang berarti, baik pada variasi waktu dan suhu. Konversi hanya berkisar 2,87-5,75 %. Penggunaan katalis zeolit aktivasi (H-ZA) dan TiO₂ diperoleh hasil konversi yang cukup besar dan relatif sama pada kedua katalis ini, yaitu hasil terbaik pada suhu 130 °C selama 4 jam berturut-turut sebesar 20,59 % dan 23,95 %. Sedangkan katalis zeolit hasil modifikasi dengan TiO₂ (TiO₂-HZA) memberikan hasil konversi yang paling besar pada suhu 130 °C selama 4 jam yaitu sebesar 30,17 %.

Analisis deskriptif secara kuantitatif dilakukan analisis ragam dengan statistika. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa suhu, waktu, dan jenis katalis

nilai $F_{hitung} > F_{tabel}$ (menolak H_0), atau nilai $p \leq 0,05$ sehingga ketiga perlakuan berpengaruh pada konversi glukosa. Adanya pengaruh pada ketiga perlakuan suhu, waktu, dan jenis katalis perlu dilakukan uji lanjut yaitu digunakan uji Beda Nyata Terkecil (uji BNT) untuk mengetahui pengaruh nyata (signifikan) pada taraf tertentu dari perlakuan tersebut. Hasil uji BNT menunjukkan bahwa variasi suhu 0, 1, 2, 3, dan 4 jam memberikan perbedaan yang nyata pada masing-masing taraf terhadap konversi glukosa. Variasi suhu 110 °C, 120 °C, dan 130 °C juga terdapat perbedaan yang nyata, artinya pada peningkatan waktu atau suhu reaksi memberikan pengaruh nyata terhadap peningkatan konversi glukosa. Adapun penggunaan katalis TiO_2 dan H-ZA tidak berbeda nyata, namun kedua katalis ini berbeda nyata terhadap katalis TiO_2 -HZA dan tanpa katalis. Hal ini berarti bahwa dengan adanya katalis TiO_2 -HZA, H-ZA dan TiO_2 memberikan pengaruh signifikan terhadap konversi glukosa dibandingkan reaksi yang dilakukan tanpa katalis, akan tetapi katalis H-ZA dan TiO_2 hasil konversi glukosanya relatif sama. Hasil uji BNT memberikan dugaan bahwa pada waktu 4 jam, suhu 130 °C, dan memakai katalis TiO_2 -HZA adalah yang paling optimal untuk menghasilkan konversi terbesar.

Hasil konversi berkaitan dengan aktivitas dari katalis. Hasil konversi yang paling besar dengan katalis TiO_2 -HZA membuktikan bahwa aktivitas katalis zeolit alam setelah didispersi dengan TiO_2 meningkat daripada katalis zeolit aktivasi (H-ZA) dan katalis TiO_2 . Faktor yang mempengaruhi aktivitas katalis pada reaksi isomerisasi glukosa antara lain adalah luas permukaan katalis dan keasaman

katalis. Besarnya kontak katalis dengan reaktan akan mempengaruhi proses katalisis secara keseluruhan, sehingga luas permukaan yang besar memberikan luas kontak yang besar antara molekul reaktan dengan katalis. Molekul reaktan akan bergerak bebas sebelum mengalami adsorpsi pada permukaan katalis kemudian teraktivasi dan bereaksi menghasilkan produk. Semakin banyak molekul reaktan yang teradsorpsi dan teraktivasi, maka semakin tinggi pula peluang terjadinya reaksi terkatalisis menghasilkan produk. Luas permukaan katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ lebih besar daripada katalis H-ZA dan TiO_2 , sehingga aktivitasnya paling tinggi dengan hasil konversi terbesar.

Pengaruh nilai keasaman berkaitan dengan situs aktif katalis, semakin besar nilai keasaman maka jumlah situs aktif meningkat. Situs-situs aktif akan berinteraksi langsung dengan molekul reaktan, mengadsorpsi dan mengaktivasi reaktan sehingga terbentuk produk molekul yang baru, sehingga peningkatan situs aktif akan menghasilkan reaksi yang lebih cepat untuk menghasilkan suatu produk. Nilai keasaman katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ lebih besar daripada katalis H-ZA dan TiO_2 , sehingga dapat memberikan aktivitas katalis paling tinggi. Nilai % konversi glukosa terbaik yang menunjukkan aktivitas katalis terbaik yaitu reaksi dengan katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$.

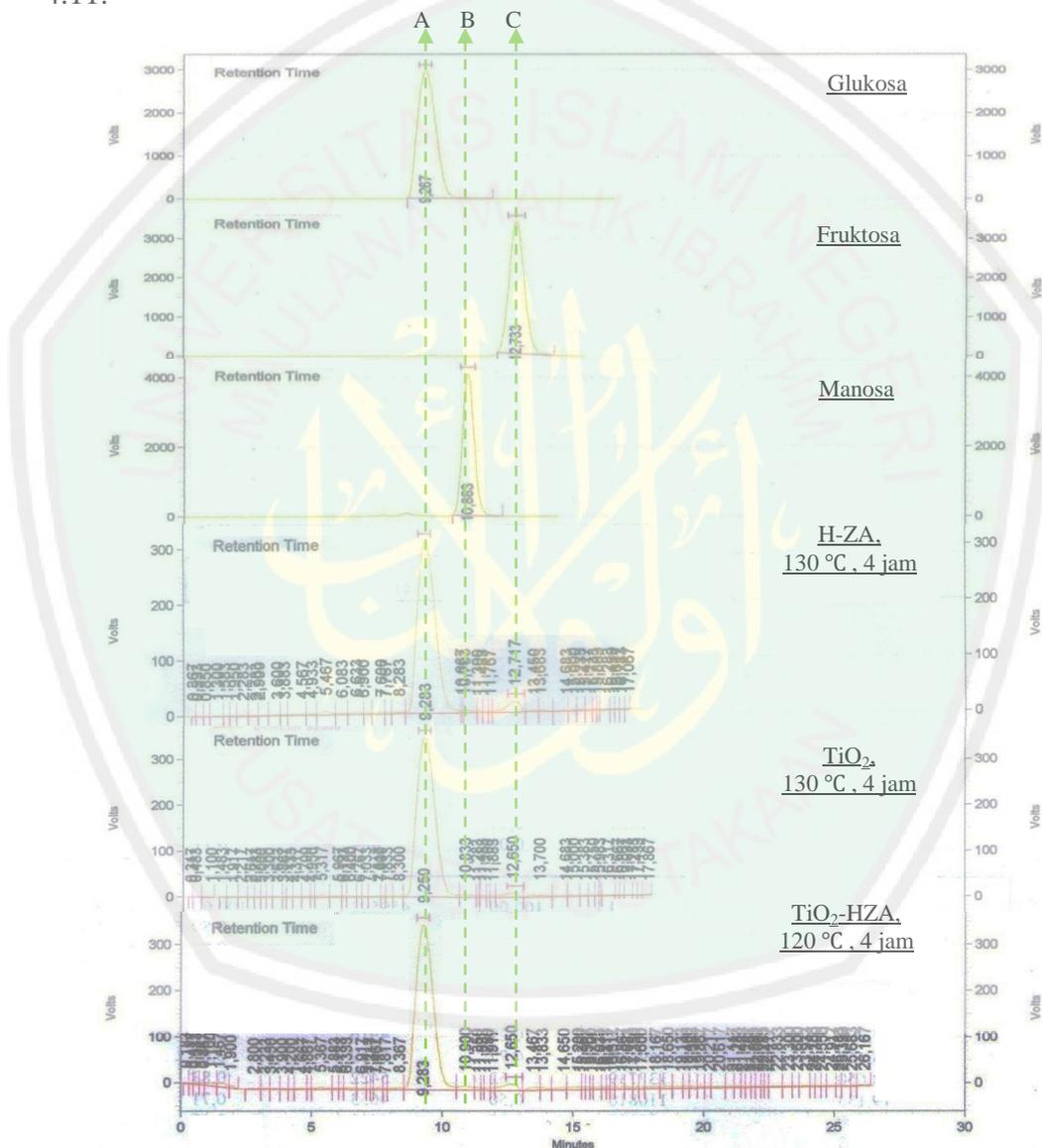
4.4.3 Analisis Hasil Isomerisasi dengan *High Performance Liquid Chromatographic* (HPLC)

Analisis hasil isomerisasi menggunakan HPLC dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif kandungan fruktosa dan sisa glukosa hasil isomerisasi serta kemungkinan senyawa-senyawa lain hasil

isomerisasi glukosa. Analisis sampel dilakukan pada hasil konversi terbaik berdasarkan hasil metode polarimeter. Langkah sebelum analisa sampel, instrumen HPLC dipreparasi dengan memanaskan kondisi alat dan pengaturan suhu agar proses pemisahan komponen yang terjadi dalam kondisi stabil. Proses selanjutnya adalah pengukuran standar eksternal yang dilakukan pada standar glukosa, fruktosa dan manosa 1 % bertujuan sebagai pembanding secara kualitatif dan kuantitatif terhadap sampel. Langkah terakhir adalah pengukuran sampel. Kondisi dan metode pengukuran sampel sama dengan standar.

Sampel diinjeksikan dengan metode kran cuplikan, sistem pemasangan cuplikan ini memungkinkan memasukkan cuplikan dengan ketelitian tinggi. Suhu kolom diprogram pada suhu 85 °C agar pemisahan terjadi dengan baik serta untuk mencegah terjadinya kerusakan komponen dalam kolom. Jenis kolom yang digunakan adalah Aminex HPX 87 C yang bersifat nonpolar. Fase pemisahan adalah fase terbalik, fase gerak yang digunakan adalah aquabides yang bersifat polar. Senyawa monosakarida memiliki sifat yang sama dengan fasa gerak sedangkan kolom bersifat non polar, sehingga fase gerak dapat berinteraksi dengan komponen-komponen sampel dan menghasilkan kromatogram pada rentang yang sesuai. Senyawa-senyawa dengan polaritas mendekati fase gerak akan terelusi terlebih dahulu menuju detektor dengan waktu retensi yang lebih singkat, sedangkan polaritas mendekati fase diam akan tertahan lebih lama pada kolom. Elusi dilakukan dengan cara isokratik (komposisi fase gerak tetap selama elusi). Hasil akhir HPLC berupa kromatogram yang menunjukkan senyawa-

senyawa hasil reaksi. Kromatogram HPLC pada masing-masing standar dan pada sampel dengan katalis H-ZA, TiO_2 , dan TiO_2 -HZA ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Kromatogram HPLC standar dan sampel dengan katalis, (A) glukosa, (B) fruktosa, dan (C) manosa

Hasil kromatogram HPLC menunjukkan bahwa hasil isomerisasi persentase yang terbanyak yaitu glukosa, fruktosa, dan manosa serta senyawa-senyawa yang tidak diketahui. Senyawa-senyawa yang tidak diketahui dapat

dijelaskan bahwa senyawa dengan waktu retensi lebih singkat adalah senyawa yang memiliki polaritas mendekati fase gerak, sedangkan waktu retensi yang lebih lama adalah senyawa dengan polaritas mendekati fase diam. Senyawa-senyawa ini dapat berasal dari hasil konversi glukosa atau dari katalis yang dapat diketahui oleh detektor berdasarkan indeks biasnya.

Senyawa hasil reaksi dianalisis dengan membandingkan waktu retensi sampel dengan waktu retensi standar yang ada, kemudian dianalisis dari % area relatif kromatogram. Waktu retensi (R_t) standar glukosa, fruktosa dan manosa berturut-turut adalah 9,267; 12,733; dan 10,883 menit. Sampel dengan adanya katalis diketahui glukosa memiliki waktu retensi yang lebih cepat daripada manosa kemudian fruktosa. Berdasarkan nilai R_t diketahui bahwa kepolaran glukosa > manosa > fruktosa. Hasil % relatif glukosa, fruktosa dan manosa, serta konversi glukosa dari kromatogram ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Nilai % relatif kromatogram glukosa, fruktosa, dan manosa serta % relatif konversi glukosa dengan metode HPLC

Nama Sampel	% Relatif			% Relatif Konversi Glukosa
	Glukosa	Fruktosa	Manosa	
H-ZA, 130 °C, 4 jam	73,91	4,78	1,15	26,09
TiO ₂ , 130 °C, 4 jam	75,86	2,10	1,35	24,14
TiO ₂ -HZA, 120 °C, 4 jam	54,43	2,10	1,31	45,57
TiO ₂ -HZA, 130 °C, 3 jam	69,59	2,61	1,53	30,41
TiO ₂ -HZA, 130 °C, 4 jam	75,54	2,52	3,64	24,46

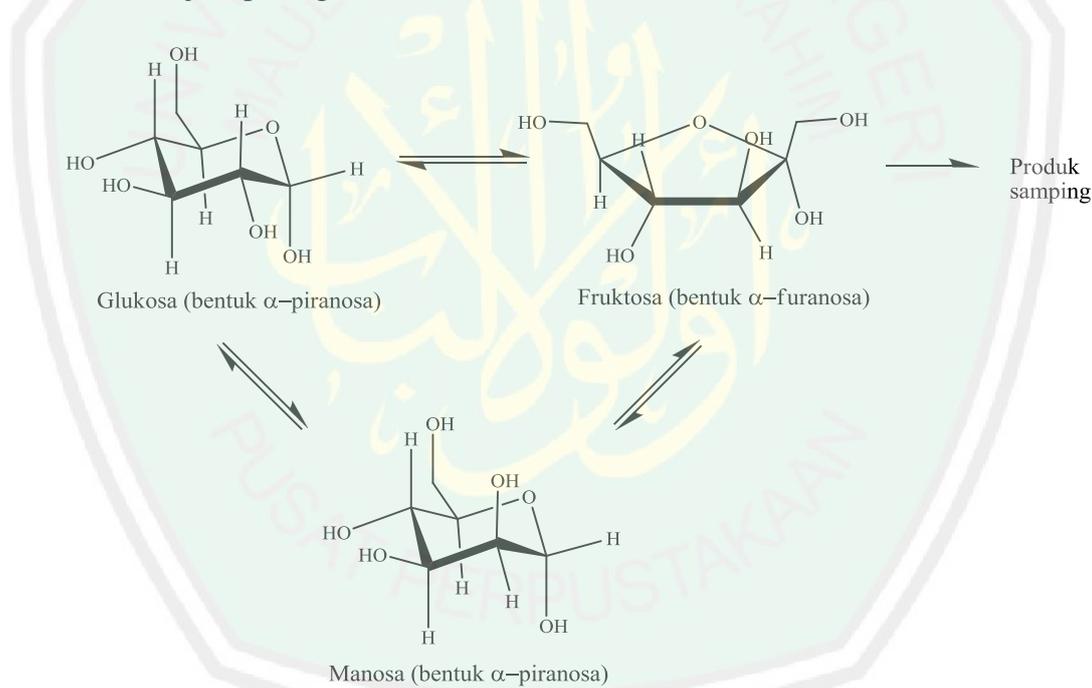
Berdasarkan Tabel 4.4 dapat diperoleh informasi mengenai selektivitas fruktosa dan konversi glukosa. Selektivitas fruktosa secara berurutan yang paling baik adalah dengan katalis zeolit aktivasi (H-ZA) > zeolit terdispersi TiO₂ (TiO₂-HZA) > TiO₂. Penggunaan TiO₂ yang didispersikan pada zeolit alam tidak

memberikan pengaruh yang besar terhadap selektivitas fruktosa, walaupun nilai keasaman dan luas permukaan katalis paling besar. Katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ cenderung menghasilkan fruktosa dan manosa. Namun nilai konversi $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ adalah yang paling besar daripada katalis H-ZA dan TiO_2 . Penggunaan katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ pada suhu 120°C konversi glukosa lebih baik daripada suhu 130°C , sedangkan selektivitas fruktosa lebih baik pada suhu lebih tinggi yaitu suhu 130°C . Perbandingan variasi waktu dari 3 jam sampai 4 jam pada suhu 130°C terjadi penurunan selektivitas fruktosa, dan peningkatan konsentrasi manosa. Nilai konversi glukosa dengan kenaikan suhu dan waktu pada katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ juga terjadi penurunan.

Secara keseluruhan % relatif fruktosa sebagai produk isomerisasi tertinggi diperoleh pada kondisi reaksi 130°C selama 4 jam dengan katalis H-ZA. Hal ini menunjukkan katalis H-ZA lebih selektif pada reaksi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dibandingkan katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ atau TiO_2 . Sedangkan pada konversi glukosa yaitu pembentukan produk reaksi menjadi senyawa tertentu hasil terbaik yaitu pada perlakuan suhu 120°C selama 4 jam dengan katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$. Hal ini menunjukkan adanya dispersi TiO_2 pada zeolit alam ($\text{TiO}_2\text{-HZA}$) mampu meningkatkan aktivitas katalis daripada katalis zeolit alam atau TiO_2 saja.

Isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dengan bantuan katalis bersifat endoterm ($\Delta H = 3 \text{ kJ/mol}$) dan bersifat reversibel ($K_{\text{eq}} \sim 1$ pada 298 K) seperti ditunjukkan Gambar 4.13. Artinya bahwa tingkat maksimum tercapainya konversi glukosa menjadi fruktosa dipengaruhi oleh kesetimbangan termodinamika antara

kedua gula ini pada suhu reaksi yang digunakan seperti pada Gambar 4.12 (Tewari, 1990 dalam Moliner, dkk., 2010). Adanya kenaikan suhu pada reaksi yang bersifat endoterm akan menggeser kesetimbangan reaksi ke arah produk, sehingga manosa dapat saja terbentuk karena pengaruh kesetimbangan termodinamik pada suhu tertentu ketika fruktosa sudah mencapai tingkat maksimum. Berdasarkan hasil yang diperoleh pada suhu 130 °C pembentukan manosa terjadi peningkatan.

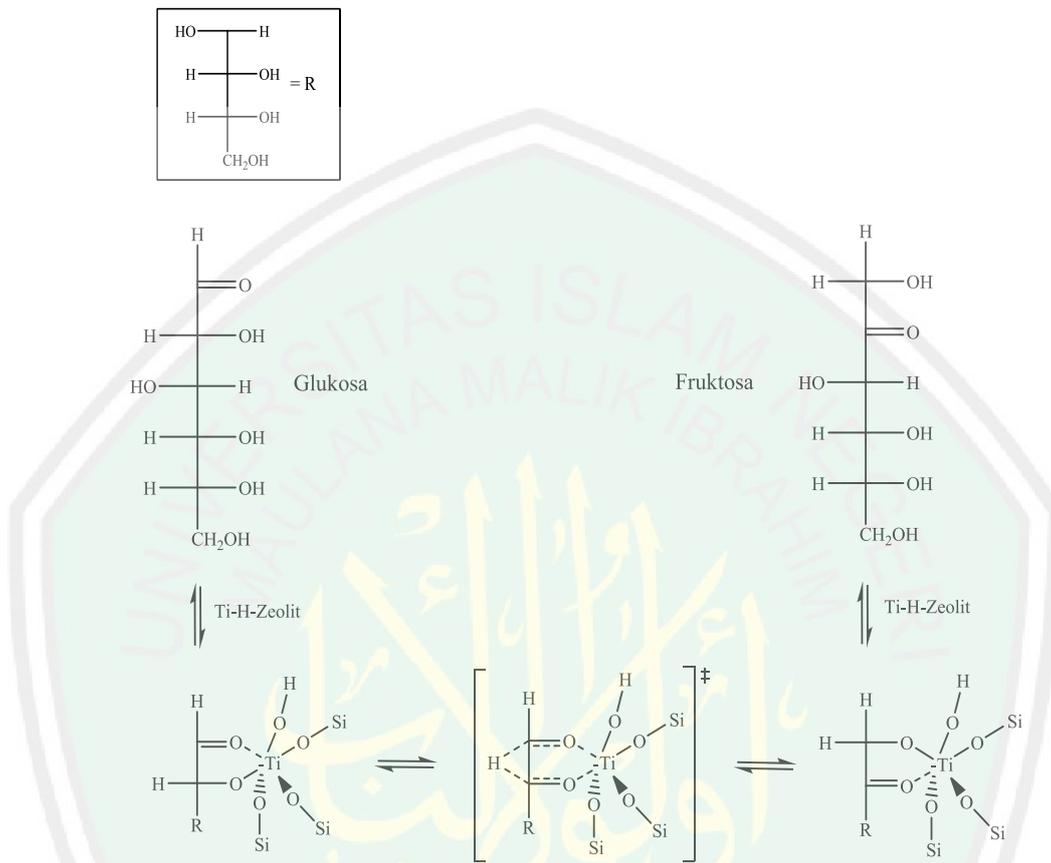


Gambar 4.12 Skema representasi isomerisasi glukosa (Tewari, 1990 dalam Moliner, dkk., 2010)

Mekanisme reaksi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dengan katalis heterogen ($\text{TiO}_2\text{-HZA}$) berawal dari teradsorpsinya reaktan pada permukaan aktif katalis, selanjutnya akan terjadi reaksi pada permukaan katalis. Moliner, dkk. (2010) mengajukan hipotesis mekanisme untuk reaksi isomerisasi glukosa menggunakan katalis Sn-Beta yaitu melalui jalur pergeseran hidrida intramolekul

(*intramolecular hydride shift*) antara C-1 yang mengandung gugus karbonil ($-C=O$) dan C-2 yang mengandung gugus hidroksil ($-OH$) dalam molekul glukosa. Hipotesis ini didasarkan pada (1) hasil studi kinetika reaksi bahwa asam dan logam tertentu dapat mentransfer hidrogen langsung melalui pergeseran hidrida, dan (2) hasil penelitian Corma, dkk. (2003) yang menunjukkan bahwa Logam Sn yang menyatu dalam kerangka β -zeolit merupakan pusat asam lewis yang dapat mempolarisasi gugus karbonil pada keton dengan mengkoordinasi atom oksigen. Logam Sn juga dapat mengkoordinasi atom oksigen dari gugus hidroksil (alkohol) sehingga pergeseran hidrida dapat terjadi antara kedua gugus tersebut (gugus keton dan alkohol). Transfer atom H (hidrida) yang terjadi merupakan proses pembentukan α -hidroksi keton pada fruktosa dari α -hidroksi aldehyd pada glukosa (dapat dilihat pada Gambar 2.9 B).

Hipotesis Moliner, dkk. (2010) yang telah diuraikan tersebut dapat digunakan untuk menjelaskan mekanisme reaksi isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dengan katalis Titanium (Ti) dalam zeolit alam jenis mordenit pada penelitian ini, karena Titanium juga merupakan logam yang dapat bertindak sebagai asam lewis. Oleh karena itu, mekanisme reaksi isomerisasi glukosa menggunakan zeolit alam yang telah dimodifikasi logam Titanium mengikuti mekanisme pergeseran hidrida seperti Gambar 4.13. Setelah reaksi terjadi, senyawa-senyawa hasil reaksi dilepas dari permukaan katalis.



Gambar 4.13 Dugaan reaksi isomerisasi glukosa menggunakan katalis zeolit modifikasi TiO_2

4.4.4 Kinetika Reaksi Isomerisasi Glukosa

Kinetika kimia reaksi isomerisasi glukosa untuk mengetahui laju reaksi kimia dan faktor-faktor yang mempengaruhinya. Laju reaksi mengukur seberapa cepat reaktan habis bereaksi atau seberapa cepat produk terbentuk. Laju dinyatakan sebagai perbandingan perubahan konsentrasi terhadap waktu.

4.4.4.1 Orde Reaksi

Orde reaksi merupakan ketergantungan laju terhadap konsentrasi. Orde reaksi hanya dapat ditentukan berdasarkan percobaan. Hasil isomerisasi glukosa yang berupa konsentrasi glukosa sisa isomerisasi digunakan untuk kinetika reaksi

dalam penentuan orde reaksi dan konstanta reaksi, sehingga dapat ditentukan energi aktivasi dari reaksi tersebut. Isomerisasi glukosa menggunakan katalis zeolit alam aktivasi (H-ZA), zeolit alam terdispersi TiO_2 (TiO_2 -HZA), dan TiO_2 . Orde reaksi ketiga jenis katalis dapat ditentukan; apakah orde-0, orde-1, atau orde-2. Dugaan orde reaksi dilihat dari nilai linearitas ditunjukkan oleh Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Regresi penentuan orde reaksi isomerisasi glukosa

Katalis	Suhu (°C)	Orde 0		Orde 1		Orde 2	
		R ²	k	R ²	k	R ²	k
Tanpa Katalis	110	0,9073	2×10^{-7}	0,9089	2×10^{-6}	0,9106	2×10^{-5}
	120	0,9465	4×10^{-7}	0,9484	4×10^{-6}	0,9504	4×10^{-5}
	130	0,9392	4×10^{-7}	0,9399	5×10^{-6}	0,9406	5×10^{-5}
H-ZA	110	0,9532	1×10^{-6}	0,9636	1×10^{-5}	0,9727	1×10^{-4}
	120	0,9491	1×10^{-6}	0,9593	1×10^{-5}	0,9683	2×10^{-4}
	130	0,9418	1×10^{-6}	0,956	2×10^{-5}	0,9677	2×10^{-4}
TiO_2 -HZA	110	0,9565	2×10^{-6}	0,97	2×10^{-5}	0,9788	2×10^{-4}
	120	0,898	2×10^{-6}	0,9528	2×10^{-5}	0,9497	3×10^{-4}
	130	0,9028	2×10^{-6}	0,9277	2×10^{-5}	0,9479	3×10^{-4}
TiO_2	110	0,9874	1×10^{-6}	0,9869	1×10^{-5}	0,9844	1×10^{-4}
	120	0,9968	2×10^{-6}	0,9933	2×10^{-5}	0,9875	2×10^{-4}
	130	0,9627	2×10^{-6}	0,973	2×10^{-5}	0,9813	2×10^{-4}

Penentuan linearitas (R^2) dan konstanta laju reaksi (k) isomerisasi glukosa dengan cara dibuat grafik kinetika reaksi masing-masing orde, yaitu grafik hubungan $[\text{St}]$ terhadap waktu t (detik) untuk orde 0, $\ln [\text{St}]$ terhadap waktu untuk orde 1, dan $1/[\text{St}]$ terhadap waktu untuk orde 2 (persamaan 3.7, 3.8, dan 3.9). Hubungan persamaan regresi dengan linearitas paling tinggi (mendekati 1) adalah orde reaksi yang digunakan. Tabel 4.5 menunjukkan bahwa nilai regresi isomerisasi glukosa pada orde 2 memberikan hubungan yang lebih linear

(mendekati 1) dibandingkan orde lainnya, sehingga reaksi isomerisasi glukosa cenderung merupakan reaksi orde 2. Nilai kemiringan (*slope*) merupakan nilai konstanta laju reaksi. Nilai k dapat menunjukkan kecepatan laju reaksi, dapat dilihat bahwa reaksi dengan katalis memiliki nilai k lebih besar daripada reaksi tanpa katalis. Katalis TiO_2 -HZA memberikan nilai k yang paling besar, sehingga reaksi dengan nilai k paling besar adalah reaksi yang paling cepat untuk membentuk suatu produk. Adanya peningkatan suhu pada semua katalis dan tanpa katalis suhu $130\text{ }^\circ\text{C}$ mempunyai nilai k yang paling besar, sehingga reaksi pada suhu ini adalah yang paling cepat.

4.4.4.2 Penentuan Energi Aktivasi dan Ketergantungan Konstanta Laju terhadap Suhu

Ketergantungan konstanta laju terhadap suhu untuk molekul bereaksi harus memiliki energi yang sama dengan atau lebih besar daripada energi aktivasi. Konstanta laju umumnya meningkat dengan meningkatnya suhu. Persamaan Arrhenius menghubungkan konstanta laju dengan energi aktivasi (Chang, 2003). Penentuan energi aktivasi reaksi isomerisasi glukosa untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap kecepatan reaksi. Reaksi dengan katalis mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi. Penentuan nilai energi aktivasi yaitu dengan cara memplotkan nilai suhu ($1/T$) pada sumbu X dengan konstanta laju ($\ln k$) pada sumbu Y, sehingga diperoleh grafik persamaan linear. Berdasarkan persamaan Arrhenius kemiringan garis adalah sama dengan $-E_a/R$, sehingga nilai energi aktivasi dapat diperoleh dengan memasukkan nilai R (konstanta gas). Nilai energi aktivasi pada masing-masing katalis dan tanpa katalis ditunjukkan oleh Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Nilai energi aktivasi

Perlakuan Katalis	Ea (j. mol ⁻¹ K ⁻¹)
Tanpa katalis	59.035,20
H-ZA	44.841,56
TiO ₂ -HZA	26.230,67
TiO ₂	44.841,56

Tabel 4.6 menunjukkan nilai energi aktivasi reaksi dengan katalis menurun daripada reaksi tanpa katalis. Katalis dapat berfungsi mempercepat laju reaksi tanpa ikut bereaksi. Katalis dalam reaksi ini berbeda fase dengan reaktan, karena katalisnya adalah katalis heterogen. Energi aktivasi terkecil yaitu pada katalis TiO₂-HZA, sehingga penggunaan katalis ini lebih cepat bereaksi untuk membentuk suatu produk. Nilai konversi TiO₂-HZA juga yang paling besar. Sedangkan katalis H-ZA dan TiO₂ adalah sama, nilai konversi pada kedua katalis ini diperoleh hasil yang relatif sama atau tidak berbeda nyata pada keduanya.

4.5 Pemanfaatan TiO₂-Zeolit Alam Malang sebagai Katalis Isomerisasi Glukosa Berdasarkan Perspektif Islam

Penelitian tentang pemanfaatan zeolit alam sebagai katalis dalam reaksi isomerisasi glukosa merupakan salah satu upaya untuk memanfaatkan barang tambang zeolit alam yang sejauh ini belum dimanfaatkan secara optimal. Hal ini dapat dilakukan dengan cara mengaktivasi dan memodifikasi zeolit alam, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai katalis. Pembuatan katalis dengan cara memodifikasi zeolit alam akan menambah nilai fungsi ilmiah dari zeolit alam. Modifikasi, karakterisasi dan aplikasi zeolit alam adalah bentuk usaha untuk memikirkan dan mengingat penciptaan Allah. Usaha memikirkan segala ciptaan

Allah dalam keadaan apapun menjadi pondasi dasar sebagai sosok yang disebut *ulul albab*. Allah berfirman dalam Surah ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ
 السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

“*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka"* (QS. ali Imran/3:190-191).

Ayat 190 dalam Tafsir *Ibn Katsir* menjelaskan bahwa Sesungguhnya dalam “penciptaan langit dan bumi” yakni dalam hal ketinggian, keluasan langit, kerendahan, ketebalan bumi, serta tanda-tanda kekuasaan yang besar yang terdapat pada keduanya, baik bintang-bintang yang bergerak maupun yang diam, lautan, hutan, pepohonan, barang tambang, serta manfaat berbagai jenis makanan, warna, dan bau-bauan yang khusus, serta “pergantian malam dan siang”, semua itu merupakan ketetapan dari Allah (Ar-Rifa’i, 1999). Ayat 191 mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berpikir tajam (*ulul albab*), yaitu orang yang berakal, orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah, hidayah, dan menggambarkan keagungan Allah. Ia selalu mengingat Allah (berdzikir) di setiap waktu dan keadaan, baik di waktu ia beridiri, duduk atau berbaring. *Ulul albab* yaitu orang-orang yang terus menerus

mengingat Allah dengan ucapan atau hati dalam seluruh situasi dan kondisi (Shihab, 2002).

Penggunaan zeolit alam sebagai katalis adalah salah satu bentuk usaha memikirkan dan memanfaatkan ilmu pengetahuan. Hal tersebut merupakan bukti bahwa ilmu pengetahuan memiliki kedudukan yang penting dalam kehidupan manusia. Allah berfirman dalam Alqur'an surat al Mujadilah ayat 11.

يَأْتِيهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَأَفْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ وَإِذَا قِيلَ أَنْشُرُوا فَأَنْشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ ءَامَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ ۗ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ ﴿١١﴾

"Hai orang-orang beriman apabila kamu dikatakan kepadamu: "Berlapang-lapanglah dalam majlis", Maka lapangkanlah niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. dan apabila dikatakan: "Berdirilah kamu", Maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan. (QS. al Mujadilah/58: 11).

Shihab (2003) menafsirkan ayat di atas bahwa Allah akan meninggikan derajat orang-orang mukmin yang ikhlas dan orang-orang yang berilmu menjadi beberapa derajat dan Allah Maha Mengetahui segala sesuatu yang manusia perbuat. Qurthubi (2009) menyebutkan bahwa orang-orang yang berilmu adalah mereka yang dapat mengambil manfaat dari ilmunya dan mengamalkannya. Orang yang tidak mengamalkan dan tidak bisa mengambil manfaat dari ilmunya sama dengan orang yang tidak berilmu. Penelitian ini mengantarkan kita untuk selalu dekat dengan Allah, dengan segala ilmu yang dimiliki. *Wallahu a'lamu bisshowab.*

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Keasaman katalis zeolit alam (H-ZA), zeolit terdispersi TiO_2 (TiO_2 -HZA), dan TiO_2 berturut-turut adalah sebesar 2,3144; 2,7007 dan 1,2186 mmol/g. Luas permukaan maksimum berturut-turut adalah 11,4229; 11,5843; dan 9,5751 m^2/gram . Adanya dispersi TiO_2 pada zeolit alam mampu meningkatkan keasaman dan luas permukaan katalis.
2. Berdasarkan hasil konversi aktivitas katalitik TiO_2 -HZA lebih baik daripada katalis TiO_2 dan H-ZA dengan konversi sebesar 45,57 %. Berdasarkan selektivitas fruktosa aktivitas katalitik H-ZA lebih baik daripada katalis TiO_2 dan TiO_2 -HZA dengan nilai selektivitas sebesar 4,78 %.
3. Suhu dan waktu reaksi berpengaruh pada reaksi isomerisasi glukosa, bahwa pada suhu 120 °C konversi glukosa lebih baik daripada suhu 130 °C, sedangkan selektivitas fruktosa lebih baik pada suhu 130 °C. Variasi waktu dari 3 jam sampai 4 jam terjadi penurunan selektivitas fruktosa, dan peningkatan konsentrasi manosa. Hasil konversi terbaik yaitu pada perlakuan suhu 120 °C, waktu 4 jam dengan katalis TiO_2 -HZA.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan pengaruh variasi konsentrasi reaktan, komposisi katalis, pengadukan, dan tekanan untuk mendapatkan hasil fruktosa yang lebih optimal, serta rentang waktu yang lebih pendek seperti rentang 10 menit untuk mengetahui jumlah maksimum tercapainya fruktosa sebelum mengalami reaksi reversibel.
2. Zeolit alam memiliki selektifitas fruktosa terbaik, sehingga perlu dilakukan penelitian lanjut pemurnian zeolit alam sebagai katalis isomerisasi glukosa menjadi fruktosa.
3. TiO_2 -HZA dapat memberikan konversi yang lebih besar, sehingga perlu dilakukan perbandingan aktivitas katalis terdispersi TiO_2 dengan metode sol gel atau metode preparasi katalis lainnya.
4. Hasil isomerisasi glukosa menjadi fruktosa dengan katalis zeolit perlu dikembangkan untuk menghasilkan produk hidrometil fulfural yang berpotensi sebagai biofuel.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, A. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir*. Jakarta: Pustaka Imam As-Syafi'i.
- Abdullah, M. dan Khairurijal. 2008. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*: Vol 2. No. 1.
- Aji, S.B and Anjar. 2009. The Role Of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Addive in Building Ceramic. *Journal of the European Ceramic Society* No.26: 3783-3787.
- Al-Jazairi, S.A.B.J. 2008. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah Press.
- Al-Maraghi, A.M. 1993. *Terjemahan tafsir Al-Maraghi Jilid 4*. Semarang: Toha Putra.
- Al-Qurthubi, I. 2009. *Tafsir Al-Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Ar-Rifa'i, M.N. 1999. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid. I*. Jakarta: Gema Insani.
- Ash-Shiddieqy, T.M.H. 2000. *Tafsir Al-Qur'anul Majid An-Nuur*. Semarang: PT. Pustaka Riski Utama.
- Augustine, R.L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Baerlocher, C. 2001. *Atlas of Zeolite Framework of Types*. USA: Fifth revised edition.
- Banon, C dan Suharto, E. 2008. Adsorpsi Amoniak oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi Dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Gradien*. 4(2): 354-360.
- Barclay, T., Markovic, M.C., Cooper, P.D., and Petrovsky, N. 2012. The Chemistry and Sources of fructose and their Effect on its Utility and Health Implications. *Journal Excipients and Food Chem*, Vol 3 No. 2.
- Barrer, R.M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolite*. London: Academic Press.
- Bissada, K.K., Johns, W.D., and Cheng, F.S. 1967. Cation-Dipole Interaction in Clay Organic Complexes. *Clay Minerals*. No.7: 155-166.
- Botianovi, A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (*Cetyltrimethylammoniumbromide*). *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Breck, D.W. 1974. *Zeolite molecular Sieves. Structure, Chemistry and Use*. New York: John Willey and Sons.
- Canli, M., Abali, Y., and Bayca, S.U. 2013. Removal of Methylene Blue by Natural and Ca and K-exchanged Zeolite Treated with Hydrogen Peroxide. *Physicochem. Probl. Miner.Process.* 49(2): 481–496
- Chang, H., Su, C., Lo, C.H., Chen, L.C., Tsung, T.T., and Jwo, C.S. 2004. Photodecomposition and Surface Adsorption of Methylene Blue on TiO₂ Nanofluid Prepared by ASNSS. *Materials Transactions.* 45 (12): 3334-3337.
- Chang, R. 2002. *Kimia Dasar Konsep-konsep Inti*. Jakarta: Erlangga.
- Corma, A., Domine, M.E., and Valencia, S. 2003. Water-resistant solid Lewis acid catalysts: Meerwein–Ponndorf–Verley and Oppenauer reactions catalyzed by tin-beta zeolite. *Journal of Catalysis.* 215:294–304.
- Day dan Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Departemen Agama RI. 2010. *Al-Qur'an dan Tafsirnya (Edisi yang disempurnakan)*. Jakarta: Lentera Abadi.
- Deutschmann, O., Knozinger, H., Kochloefl, K., and Turek, T. 2009. *Heterogeneous Catalysis and Solid Catalysts*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Dutta, K. 2000. *Hand Book of Zeolite Science and Technology*. The Ohio State University.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. New York: Willey and Sons.
- Erlynata, A. 2013. Pemanfaatan Zeolit Alam, H-Zeolit Alam dan Ti-H-Zeolit Alam Malang Sebagai Katalis pada Reaksi Isomerisasi Glukosa. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ertan, A and Ozkan, F. 2005. CO₂, N₂ and Ar Adsorption on Zeolites. *Dissertation*. Izmir Institute of Technology Turkey.
- Fajari, A.A. 2006. Pengaruh Waktu Hidrotermal Terhadap Ukuran Pori Zeolit Hasil Modifikasi. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro.
- Fatimah, I. 2009. Dispersi TiO₂ ke dalam SiO₂ Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor. *Jurnal Penelitian Sainstek.* 14 (1): 41-58.

- Fontvieille, A.M., Faurion, A., Helal, I., Rizkalla, S.W., Falgon, S., Letanox, M., Techobrousky, G., and Slama, G. 1989. Relative Sweetness of Fructose Compared With Sucrose in Healthy and Diabetic Subjects. *Diabetes Care*. 12 (7).
- Gaily, M.H., Elhasan, B.M., and Abasaheed, E. 2010. Isomerization and Kinetics of Glucose into Fructose. *International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS*. 10(3).
- Gates, B.C. 1992. *Catalytic Chemistry*. New York: John Wiley and Sons Inc.
- Girindra, A. 1993. *Biokimia 1*. Jakarta: PT. Gramedia.
- Goldberg, D. E. 2004. *Foundamental of Chemistry*. New York: McGraw Hill Publisher.
- Gultom, T. 2001. *Biokimia Struktur dan Fungsi*. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Handoko, D.S.P. 2006. Kinetika Hidrolisis Maltosa pada Variasi Suhu dan Jenis Asam sebagai Katalis. *Sigma*. 9(1): 9-17.
- Hapsari, D.S. 2006. Penggunaan Zeolit Alam Yang Telah Diaktivasi dengan Larutan HCl Untuk Menyerap Logam-Logam Penyebab Kesadahan Air. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Hasibuan, R.A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam dengan TiO_2 untuk Mereduksi Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Hayati, E.K. 2007. *Dasar-Dasar Analisis Spektroskopi*. Malang: Universitas Islam Negeri (UIN) Malang.
- Hendayana, S. 2006. *Kimia Pemisahan*. Bandung: PT. Remaja Rosdakarya.
- Hidayah, C.N. 2004. Sintesis Katalis Co/FAAH, Ni/FAAH, Dan Cu/FAAH: Hubungan Pola Pengembangan dengan Urutan Nomor Atom Logam Katalis dalam Sistem Periodik Unsur. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. FMIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Hidayah, N. 2007. *Fabrication and Properties of Cobalt-Chromium Implant Composite*. School of Materials Engineering Universiti Malaysia Perlis. Malaysia.
- Hussain, A. 2000. Penentuan Kapasiti dan Jenis Pencerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. 7(1): 69-79.

- Imani, A.K.F. 2005. *Tafsir Nurul Quran*. Jakarta: Al Huda.
- Iskandar, A. 2008. *Modifikasi Zeolit*. Jakarta: FMIPA UI.
- Kaewprasit, C., Hequet, E., Abidi, N., and Goulot, J.P. Application of Methylene Blue Adsorption to Cotton Fiber Specific Surface Area Measurement: Part 1. Methodology. *Journal of Cotton Science*. Vol 1: 164-173.
- Keenan, C.W., Kleinfelter, D.C. dan Wood, J.H. 1996. *Kimia Untuk Universitas Edisi Keenam*. Jakarta: Erlangga.
- Kismolo, E., Nurimaniwathy., dan Suyanto, T. 2012. Karakterisasi Kapasitas Tukar Kation Zeolit untuk Pengolahan Limbah B3 Cair. *Prosiding Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir*. ISSN:0216-3128.
- Komar, P.A. 1985. *Prospek Pemakaian Zeolit Bayah sebagai Penukar Kation*. Bandung: Departemen Pertambangan dan Energi Direktorat Jenderal Pertambangan Umum Pusat Pengembangan Teknologi Mineral.
- Kusriningrum, R.S. 2008. *Perancangan Percobaan*. Surabaya. Airlangga University Press.
- Laniwati, M. 1999. Isomerasi 1-buten Menggunakan Zeolit Alam Malang, Jawa Timur, Sebagai Katalis. *Proc ITB*. Vol 31. No.2.
- Leshkov, Y. R., Moliner, M., Labinger, J.A., and Davis, M. E. 2010. Mechanism of Glucose Isomerization Using a Solid Lewis Acid Catalyst in Water. *Angew. Chem. Int. Ed.* Vol. 49, 8954 –8957.
- Lestari, H.D. 2010. Sintesis Katalis Ni/Mo untuk *Hydrotreating Coker* Nafta. *Tesis*. Program Studi Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung.
- Lourvanij, K. 1991. Reactions of Glucose in H-Y Zeolite Catalysts. *Thesis*. Oregon State University.
- Mahreni dan Sulistyowati, E. 2004. Pembuatan *High Fructose Syrup* dari Tepung Maizena Secara Enzimatis. *Jurnal Prosiding SNTPK VI*.
- Maryani. 2010. Pengaruh Cara Pengembunan Logam Ni dan Mo Pada Zeolit Alam Aktif Terhadap Karakter Katalis Bimetal. *Skripsi*. Surakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Masruri. 2009. *Laporan Praktikum Kimia Analitik Instrument*. Jakarta: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.

- Moliner, M., Leshkov, Y., and Davis, M. E. 2010. Tin-Containing Zeolites are Highly Active Catalysts For The Isomerization of Glucose In Water. *PNAS Early Edition*, 1-5.
- Moreau, C., Durand, R., Roux, A., and Tichit, D. 2000. Isomerization of Glucose into Fructose in the Presence of Cation-Exchanged and Hydrotalcites. *Applied Catalysis A: General*, 193: 257-264.
- Musta, R. 2010. Preparasi Pengembangan Logam CoMo pada H-Zeolit Y. *Wakapendik* Vol. 6 No. 1 Pebruari 2010. FKIP. UNHUL.
- Nasikin, M dan Susanto, B.H. 2010. *Katalis Heterogen*. Jakarta: UI Press.
- Nugrahaningtyas, K.D. 2009. Preparation and Characterization The No-Sulfided Metal Catalyst: Ni/USY and NiMo/USY. *Indo. J. Chem.* 9 (2): 177-183.
- Nugrahaningtyas, K.D., Trisunaryanti, W., Triyono., Nuryono., Maruto, D., Widjonarko., dan Mulyani. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Monometal Mo/Usy. *ALCHEMY jurnal penelitian kimia.* 8 (1): 34-46.
- Panduan Pelaksanaan Laboratorium Instruksional VII. 2012. *Modul 1.06 Konversi Glukosa Fruktosa*. Bandung: Departemen Teknik Kimia.
- Paramitha, A.W.L. 2010. Industri Fruktosa dan Glukosa dengan Proses Hidrolisis. <http://letshare17.blogspot.com/2010/10/industri-fruktosa-dan-glukosa-dengan.html>. (Diunduh Tanggal 10 Oktober 2013).
- Polat, E., M. Karaca, H. Demir, and N. Onus. 2004. Use of Natural Zeolit (Clinoptilolite) in Agriculture. *Journal of Fruit and Ornamental Plant Research.* 12: 183-189.
- Prinata, K., Suharto, S., dan Syariffudin, A. 1985. *Prospek Pemakaian Zeolit Bayah Sebagai Penyerap NH⁴⁺ dalam Air Limbah*. Laporan Teknik Pengembangan. 69. PPTM. Bandung.
- Rahmawati, S. 2008. Teka-Teki Pilihan Pelajaran Kimia Nama-Nama Mineral Zeolit. *Thesis* Tidak Diterbitkan. Bandung: Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.
- Rakhmatullah, D.K.A., Wiradani, G., dan Ariyanto, N.P. 2007. Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Memurnikan Bioetanol. *Laporan Akhir Penelitian Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri*. Bandung: ITB.
- Ratnayani, K., Dwiadhi, N.M.A., dan Gitadewi, I.G.A.M.A.S. 2008. Penentuan Kadar Glukosa dan Fruktosa pada Madu Randu dan Madu Kelengkeng dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Jurnal Kimia FMIPA Udayana.* 2 (2): 77-86.

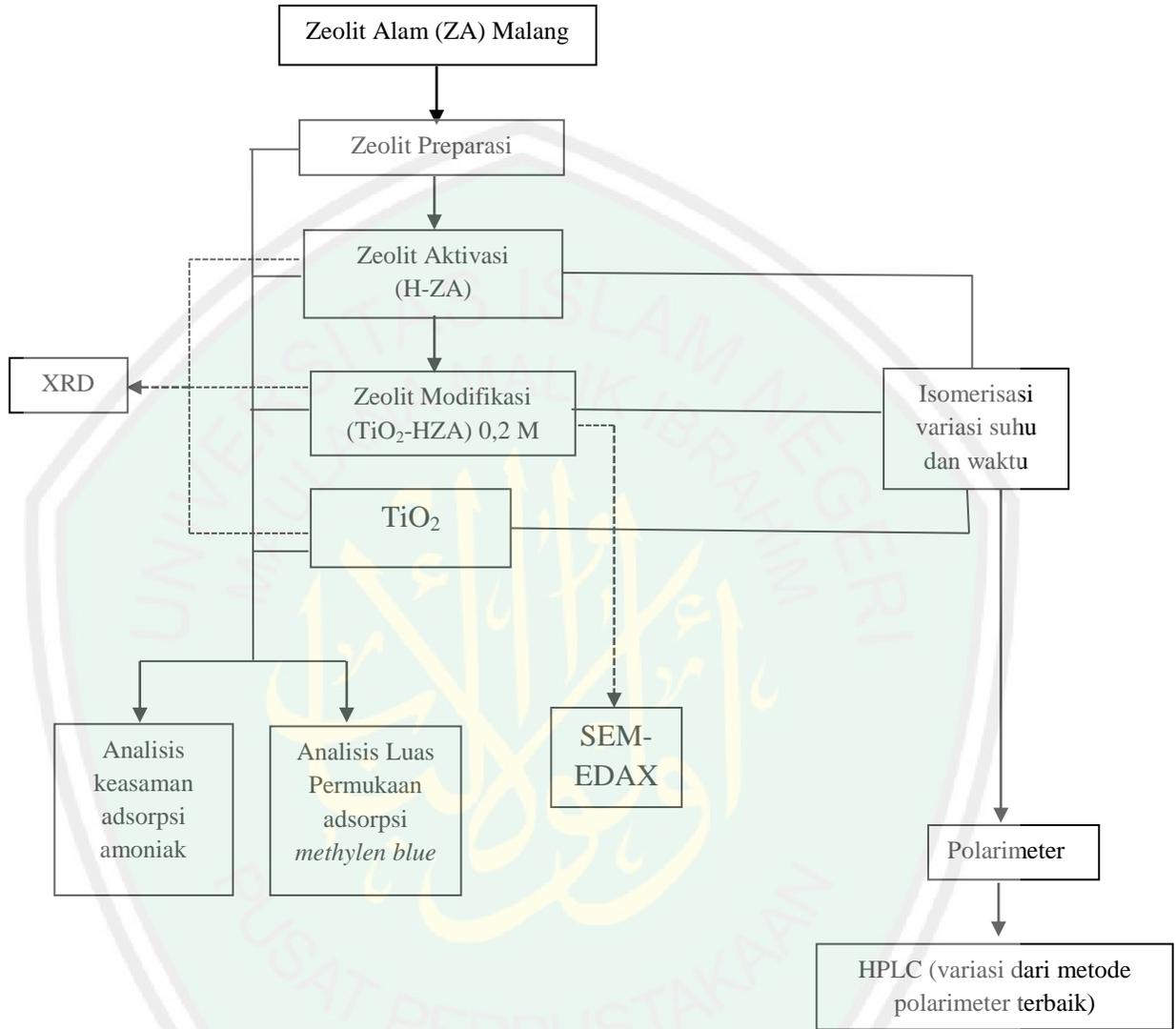
- Rianto, L.B. 2012. Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Malang dengan Penambahan Logam Titanium Menggunakan Metode Impregnasi. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Riesthandie. 2010. Pemanfaatan Cu-NaA dan NaA dengan Prekursor SiO₂ dari Sekam Padi untuk Adsorpsi Gas NO_x. *Tugas Akhir Tidak Diterbitkan*. Surabaya: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rodiansono., Irawan, C., dan Mujiyanti, D.R. 2009. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni, Co yang Diimbangkan Pada Zeolit-ZCP-50 Menggunakan Metode Matrik Polimer. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. 2 (1): 1-13.
- Rodiansono., Trisunaryanti., dan Triyono. 2007. Pengaruh Pengembangan Logam Ni dan Nb₂O₅ Pada Karakter Katalis Ni-zeolit dan Ni-Zeolit Nb₂O₅. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. 1(1): 20-28.
- Rohatin. 2011. Modifikasi Zeolit Klinoptilolit dengan Nanopartikel Au dan Ligan Asam-3-Merkaptopropanoat serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Berat. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Rosdiana, T. 2006. Pencirian dan Uji Aktivitas katalitik Zeolit Alam Teraktivasi. *Skripsi*. Bogor: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Saputra, R. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. <http://pdmmpipa.ugm.ac.id/ojs/index.php/bimipa/article/viewPDFInterstitial/21/32>. (Diunduh tanggal 10 Juli 2013).
- Sari, E.K. 2009. Memperbaiki Kualitas Air Pengisi Boiler di Pabrik Gula Sragi dengan Cara Adsorpsi Ion Kesadahan Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi. *Tugas Akhir II Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Satterfield, C.N. 1980. *Heterogenous Catalyst In Practice*. New York: Mc Graw Hill Book Company.
- Sediaoetama, A.D. 2006. *Kesehatan-Ilmu Gizi*. Jakarta: Dian Rakyat.
- Setiadi dan Dariyus. 2006. Konversi Katalitik n-butanol Menjadi Hidrokarbon C₂-C₄ Menggunakan Katalis B₂O₃/Zeolit Alam. *Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*. ISBN 979-97893-0-3.

- Setiadi dan Pertiwi, A 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa Abe Menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua*. MKICS ISSN: 0216-4183.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sijabat, K. 2007. Pembuatan Keramik Paduan *Cordierit* ($2\text{MgO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$)-Alumina (Al_2O_3) Sebagai Bahan Refraktori dan Karakterisasinya. *Thesis Tidak Diterbitkan*. Medan: Jurusan Ilmu Fisika Sekolah Pascasarjana Universitas Sumatera Utara.
- Silaban, D.H. 2010. Agroindustri dari Ubi Kayu Menjadi Gula dan Bioetanol. <http://dedi-hamonangan-silaban.blogspot.com/>. (Diunduh tanggal 2 Oktober 2013).
- Simoncic, P and Armbruster, T. 2005. Cationic Methylene Blue Incorporated into Zeolite Mordenite-Na: a Single Crystal X-ray Study. *Microporous and Mesoporous Materials* No.81: 87–95.
- Situmeang, R., dan Fransisca, N. 2011. Study of $\text{Co}_3\text{O}_4/\text{NiFe}_2\text{O}_4$ Catalyst for Glucose Conversion in the Low Temperature. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi – IV*, ISBN 978-979-8510-34-2.
- Skoog, D.A., and West, D. M., 1980. *Principles of Instrumental Analysis*, 2nd Edition. New York: John Willey-VCH.
- Smart, L, and Moore, E. 1993. *Solid State Chemistry*, First edition. New York: Chapman and Hall University and Professional Division.
- Sudarmadji, S., Haryono, B. dan Suhardi. 1997. *Prosedur Analisa Untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Yogyakarta: Liberty.
- Suharto, T.E., Gustian, I., dan Sundaryono, A. 2007. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Bifungsional dari Zeolit Alam. *Jurnal Gradien*. 3 (2) : 267-272.
- Sundaryono, A dan Budiyanto. 2008. Pembuatan Bahan Bakar Hidrokarbon Cair Melalui Reaksi Cracking Minyak pada Limbah Cair Pengolahan Kelapa Sawit. *J. Tek. Ind. Pert.* 20 (1): 14-19.
- Susgadersukawati, N.V., Priatmoko, S., dan Wahyuni, S. 2012. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam sebagai Katalis Perengkahan Sampah Plastik HDPE. *Indo. J. Chem* 1 (1): 68-73.
- Sutarti, M, dan Rachmawati. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.
- Sutarti, M. 1994. *Zeolit*. Jakarta: Tinjauan Literatur.

- Topper, Y.J and Stetten, D.W. 1951. The Alkali-Catalyzed Conversion of Glucose into Fructose and Mannose. *J.Biol.* 189:191-202.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites, 4th edition*. Amsterdam: Elsevier.
- Trisunaryanti, W. 2009. Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben dan Katalis dalam Mengatasi Masalah Lingkungan dan Krisis Energi. *Pidato Pengukuhan Jabatan Guru Besar dalam Ilmu Kimia*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., Sudiono, S., 2005. Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin.* 10 (4): 269 -282.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono., dan Sugiharto, E. 2006. Preparasi dan Karakterisasi TiO₂-Zeolit serta Pengujiannya pada Degradasi Limbah Industri Tekstil secara Fotokatalitik. *Jurnal Indo. J. Chem*, 6 (3): 231-237.
- Whyman, R. 1996 *Applied Organometallic chemistry and Catalysts*. New York: Oxford University Press.
- Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., dan Kurniaysih, D. 2006. Utilisasi TiO₂-Zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red. *Teknoim.* 11 (3): 199-209.
- Windati, W., Syah, Y., dan Widati, A.A. 2008. Impregnasi Zeolit Alam dengan TiO₂ untuk Degradasi Jingga Metil Secara Fotokatalitik. *Jurnal Universitas Airlangga*.
- Wrostand, R.E. 2012. *Food Carbohydrate Chemistry, First Edition*. USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Yusnani, A. 2008. Konsentasi Prekursor Logam dan Metode Impregnasi pada Preparasi NiMo/Zeolit Y Terhadap Karakter Katalis. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Surakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Zhang, Y., Hidajat, K., and Ray, A.K. 2004. Optimal Design and Operation of SMB Bioreactor: Production of High Fructose Syrup by Isomerization of Glucose. *Biochemical Engineering Journal*. Vol 21: 111–121.
- Zulfa, A. 2011. Uji Adsorpsi Gas Karbon Monoksida (CO) Menggunakan Zeolit Alam Malang dan Lampung. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Jakarta: Universitas Indonesia.

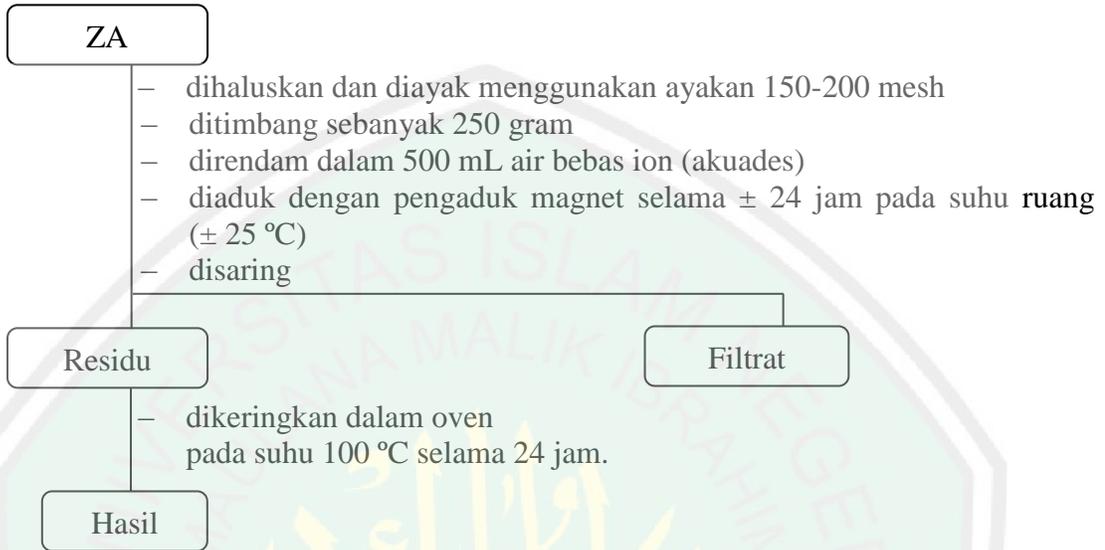
Lampiran 1. Diagram Alir

1.1 Rancangan Penelitian

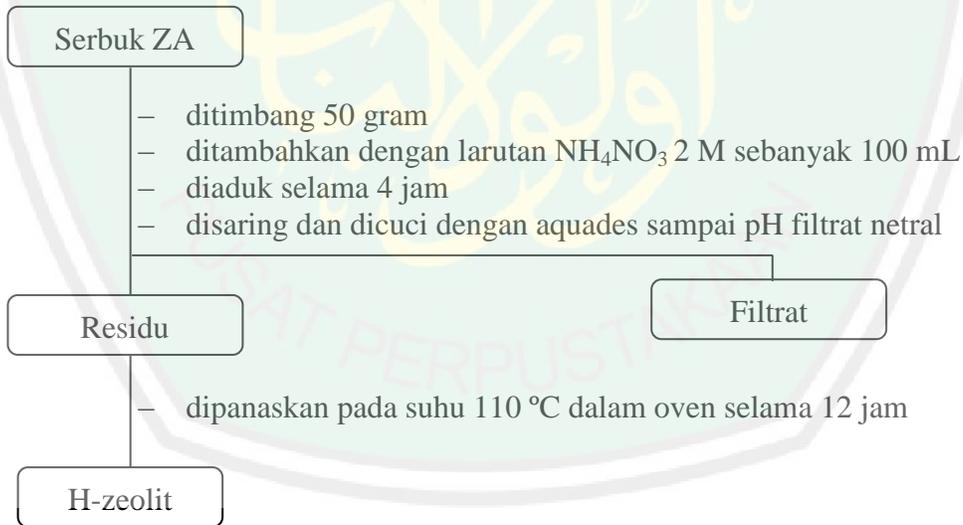


1.2 Skema Kerja

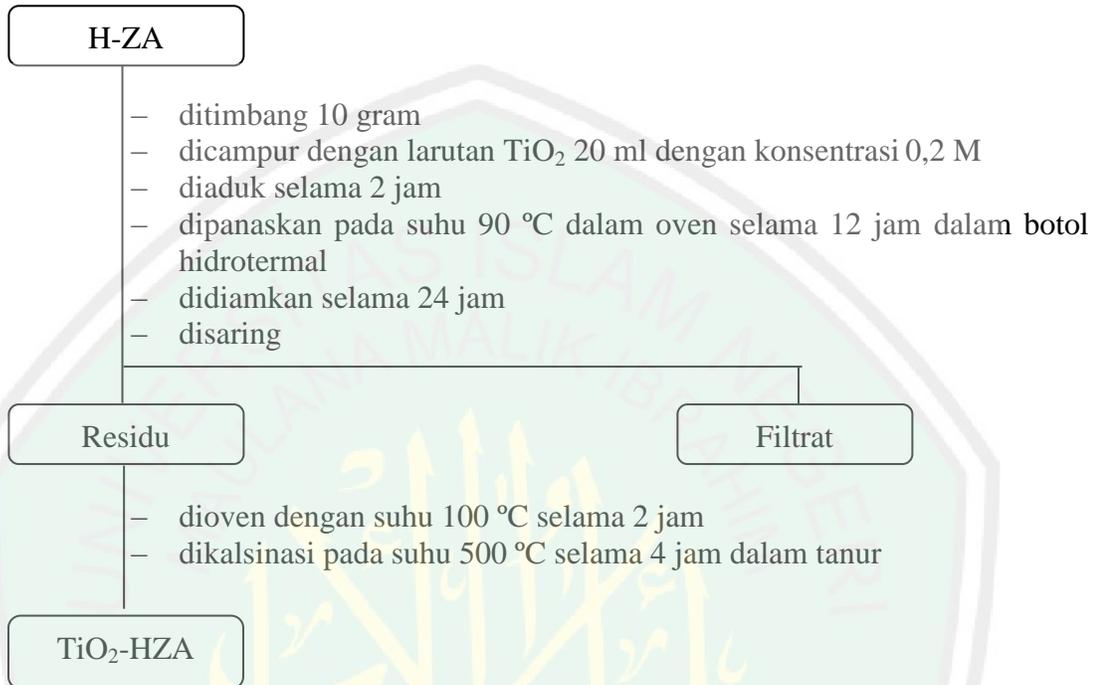
1. Preparasi ZA



2. Aktivasi ZA

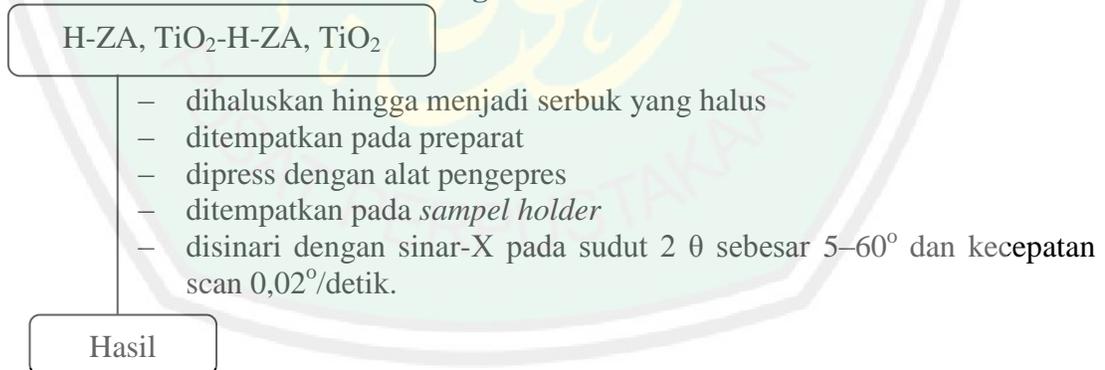


3. Modifikasi Zeolit Aktivasi dengan Dispersi TiO_2



4. Karakterisasi

4.1 Analisis Fase Kristal Zeolit dengan XRD



4.3 Analisis Keasaman Katalis dengan Adsorpsi Amoniak Metode Gravimetri

ZA, H-ZA, TiO₂-HZA, dan TiO₂

- ditimbang masing-masing sebanyak 0,2 gram
- diletakkan dalam gelas arloji yang sebelumnya telah diketahui beratnya
- dipanaskan dalam oven pada suhu 120 °C selama 2 jam
- didinginkan sebentar dalam temperatur ruang
- ditimbang lagi untuk mengetahui berat katalis tanpa air
- diletakkan kaca arloji yang berisi katalis dalam wadah tertutup yang di dalamnya telah diletakkan cawan penguap yang berisi amoniak
- dibiarkan selama 24 jam
- dikeluarkan dan diangin-anginkan selama 4 jam pada suhu ruang
- ditimbang katalis
- ditentukan keasamannya

Hasil

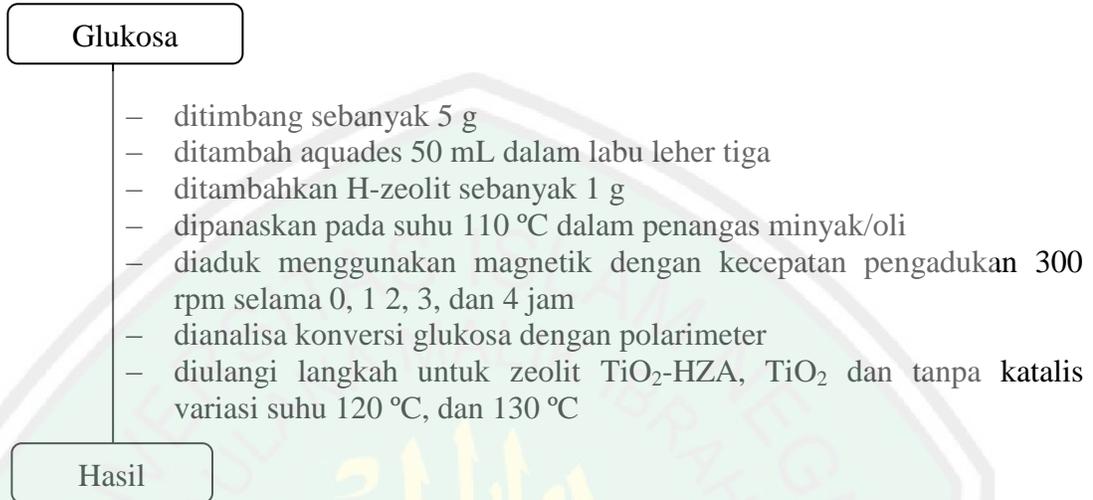
4.4 Analisis Morfologi Zeolit dengan SEM-EDAX

TiO₂-H-ZA

- ditempatkan sedikit diatas *sample holder*
- ditempatkan pada mesin pelapis emas
- ditempatkan pada instrument SEM-EDAX
- dikocok kuat-kuat
- diamati mikrografny mulai perbesaran 5000-20000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas

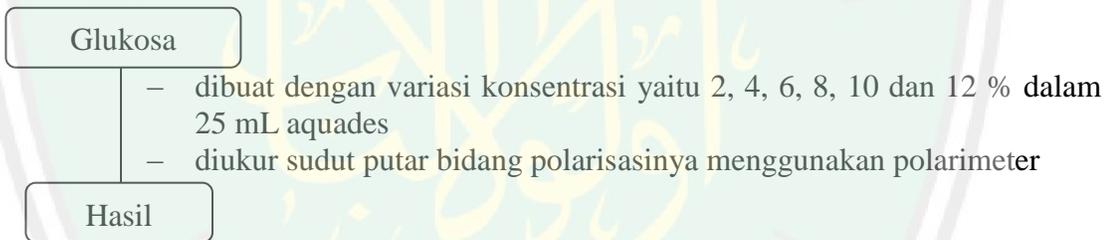
Hasil

5. Penentuan Aktivitas Katalis H-ZA, TiO₂-HZA, dan TiO₂ Pada Reaksi Isomerisasi Glukosa

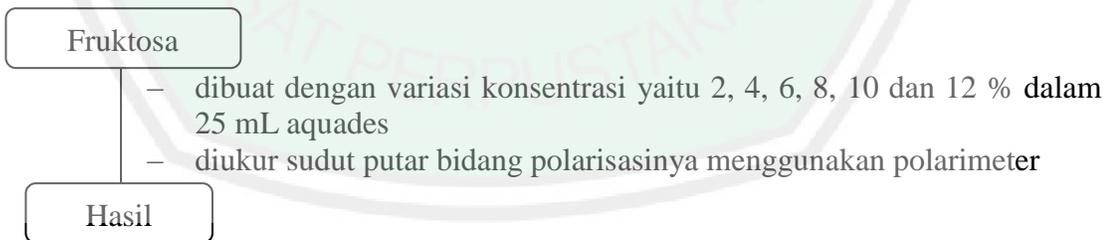


6. Analisis Hasil Isomerisasi dengan Polarimeter

6.1 Penentuan Sudut Putar Bidang Polarisasi Spesifik Glukosa



6.2 Penentuan Sudut Putar Bidang Polarisasi Spesifik Fruktosa



6.3 Penentuan Hasil Konversi Glukosa

Hasil Isomerisasi

- dipipet 10 mL
- disentrifiguse sampai jernih
- dipisahkan endapan dan filtrat
- filtrat hasil isomerisasi glukosa dipipet 1 mL
- dimasukkan dalam labu takar 25 mL
- ditambah akuades sampai tanda batas
- diukur sudut putar bidang polarisasinya menggunakan polarimeter secara triplo
- dihitung konsentrasi glukosa setiap variasi waktu.
- dilakukan prosedur ini terhadap zeolit hasil modifikasi (TiO₂-HZA), TiO₂ dan tanpa katalis

Hasil

7. Analisis Hasil Isomerisasi Glukosa (Selektivitas Fruktosa) dengan HPLC

7.1 Preparasi Instrumen HPLC

Aquabides 20 µL

- diinjeksikan ke Instrument HPLC
- dikondisikan laju alir pada 0,1 mL per menit dalam suhu operasi
- ditingkatkan laju alir 0,5 mL per menit diseimbangkan selama 45 menit dengan memperkiraan kondisi operasi *instrument* pada:
Laju Alir : 0,6 mL / menit
Suhu kolom : 80 °C

Instrumen HPLC siap pakai

7.2 Pengukuran Standar Glukosa, Fruktosa, dan Manosa dengan HPLC

Standar 1%

- disiapkan larutan standar glukosa 1% (b/v)
- Diambil kira-kira 3 x volume sampel loop (3x20 μ L).
- diinjeksikan dengan metode kran cuplikan. *Handle injector* dalam posisi *LOAD*
- dimasukkan *syringe* dengan hati-hati dan jangan sampai ada gelembung udara,
- *syringe* dibiarkan tertancap pada injektor yang bertekanan.
- digeser *handle injector* ke posisi *INJECT* Setelah selesai akuisisi data
- dilakukan *running* sampel dengan kondisi HPLC yang telah ditentukan
- didapatkan kromatogram yang menggambarkan waktu retensi
- diulangi untuk fruktosa, dan manosa

Kromatogram Standar

7.3 Penentuan Hasil Konversi (%) (Selektivitas Fruktosa) dengan HPLC

Sampel

- disiapkan larutan sampel dengan diencerkan konsentrasi 1% (b/v)
- disaring sampel dengan saringan *milipore*
- dilakukan *ultrasonic* untuk meminimalisir gelembung udara
- diinjeksikan ke dalam injektor seperti perlakuan pada injeksi standar. Kondisi HPLC seperti pada standar
- dianalisa kromatogram yang menggambarkan waktu retensi
- dihitung selektivitas dan konversi dibandingkan dengan kromatogram standar

Hasi

Lampiran 2. Preparasi Reagen

1. Membuat Larutan Amonium Nitrat 2 M (NH_4NO_3) 100 mL

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 2 \text{ M} = \frac{n}{100 \text{ mL}}$$

$$n = 2 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$n = 200 \text{ mmol} = 0,2 \text{ mol}$$

Keterangan:

M : Konsentrasi NH_4NO_3 yang akan dibuat

n : mol Larutan NH_4NO_3

$$\text{mol} = \frac{m}{M_r} \rightarrow 0,2 \text{ mol} = \frac{m}{80 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,2 \text{ mol} \times 80 \text{ gr/mol}$$

$$m = 16 \text{ gram}$$

Keterangan:

V : Volume NH_4NO_3 yang akan dibuat

m : berat NH_4NO_3 yang ditimbang

M_r : Berat Jenis NH_4NO_3

Jadi amonium nitrat ditimbang sebanyak 16 gram, dilarutkan dengan aquades sebanyak 50 mL dalam beaker glass hingga homogen. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan aquades hingga tanda batas. Kemudian dilakukan pengocokan hingga homogen.

2. Membuat Larutan Titanium Oksida (TiO_2)

- Larutan TiO_2 0,2 M 50 mL

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{n}{50 \text{ mL}}$$

$$n = 0,2 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \rightarrow n = 10 \text{ mmol} = 0,01 \text{ mol}$$

Keterangan:

M : Konsentrasi TiO_2 yang akan dibuat

N : mol Larutan TiO_2

$$\text{mol} = \frac{m}{M_r}$$

$$0,01 \text{ mol} = \frac{m}{80 \text{ gr/mol}}$$

$$m = 0,01 \text{ mol} \times 80 \text{ gr/mol}$$

$$m = 0,8 \text{ gram}$$

Keterangan:

V : Volume TiO_2 yang akan dibuat

m : berat TiO_2 yang ditimbang

Mr : Berat Jenis TiO_2

Jadi titanium oksida ditimbang sebanyak 0,8 gram, dilarutkan dengan aquades sebanyak 40 mL dalam beaker glass hingga homogen. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan aquades hingga tanda batas. Kemudian dilakukan pengocokan hingga homogen.

3. Membuat Larutan *Methylen Blue* (MB)

- Pembuatan Larutan Stok MB 25 ppm 500 mL untuk pembuatan kurva standar

$$M \text{ (ppm)} = \frac{m}{V}$$

$$m = \text{ppm} \times L$$

$$m = 25 \text{ ppm} \times 0,5 \text{ L}$$

$$m = 12,5 \text{ mg}$$

Keterangan :

ppm = konsentrasi MB

mg = berat MB yang diperlukan (mg)

L = volume yang digunakan untuk melarutkan *methilene blue* (L)

Jadi ditimbang sebanyak 12,5 mg MB dilarutkan dalam beaker glass yang berisi 200 mL aquades dan diaduk hingga larut. Dipindahkan larutan dalam labu ukur 500 mL, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Dikocok-kocok sampai larutan bercampur sempurna.

- Membuat 50 mL larutan MB 1 ppm dari larutan 25 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$25 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{25 \text{ ppm}} \rightarrow V_1 = 2 \text{ mL}$$

Jadi diambil 2 mL larutan stok metilen blue 25 ppm, diambil dengan pipet ukur 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. ditambahkan aquades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen.

Pembuatan larutan MB 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm dilakukan perhitungan seperti pengenceran pembuatan larutan MB 1 ppm. Volume yang diambil masing-masing berturut adalah 4, 6, 8, 10, 12, 14 dan 16 mL.

- Pembuatan Larutan MB 16 ppm 1 L untuk penentuan luas permukaan.

$$M \text{ (ppm)} = \frac{m}{V}$$

$$m = \text{ppm} \times L$$

$$m = 16 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ L}$$

$$m = 0,16 \text{ mg}$$

4. Pembuatan Larutan Stok Glukosa

- Pembuatan Larutan Stok 12 %

$$\% \frac{b}{v} = \frac{12 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times 100 \% = 12 \%$$

- Konsentrasi Glukosa 2 %

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12 \% \cdot V_1 = 2 \% \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \% \times 25 \text{ mL}}{12 \%} = 4,17 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan glukosa 4%, 6%, 8%, dan 10% dilakukan seperti contoh diatas.

5. Pembuatan Larutan Stok Fruktosa

- Pembuatan Larutan Stok 12 %

$$\% \frac{b}{v} = \frac{12 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times 100 \% = 12 \%$$

- Konsentrasi Fruktosa 2 %

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12 \% \cdot V_1 = 2 \% \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \% \times 25 \text{ mL}}{12 \%} = 4,17 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan fruktosa 4%, 6%, 8%, dan 10% dilakukan seperti contoh diatas.

Lampiran 3. Data dan Perhitungan

3.1 Penentuan Keasaman

Hasil uji keasaman zeolit aktivasi dan zeolit modifikasi

Nama Katalis	(W ₁)	(W ₂)	(W ₃)	Keasaman total (mmol/gram)
ZA	22,6985	22,8948	22,8998	1,4983
H-ZA	22,6988	22,8945	22,9022	2,3144
TiO ₂ -HZA	26,5521	26,7503	26,7594	2,7007
TiO ₂	22,6973	22,8952	22,8993	1,2100

Contoh Perhitungan :

$$\begin{aligned}
 \text{Keasamaan} &= \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1) \times \text{Mr NH}_3} \\
 &= \frac{(22,8998 - 22,8948) \text{ gr}}{(22,8948 - 22,6985) \text{ gr} \times 17 \text{ gr/mol}} \\
 &= 0,0014983 \text{ mol/gram} = 1,4983 \text{ mmol/gram}
 \end{aligned}$$

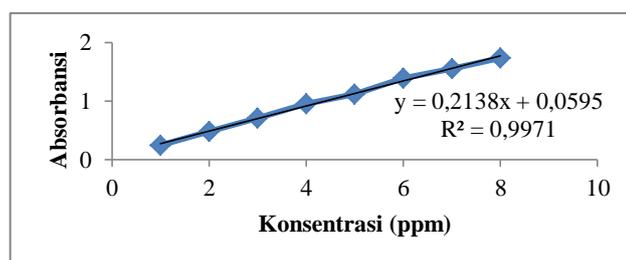
Keterangan :

- W₁ = Berat gelas arloji kosong setelah pemanasan (gram)
- W₂ = Berat gelas arloji dan zeolit setelah pemanasan (gram)
- W₃ = Berat gelas arloji dan zeolit setelah adsorpsi amoniak (gram)
- W₃-W₂ = Berat amoniak yang teradsorp katalis
- W₂-W₁ = Berat katalis tanpa air

3.2 Penentuan Luas Permukaan

1. Pembuatan kurva baku *methylene blue*

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0,2452
2	0,4793
3	0,7089
4	0,9542
5	1,1184
6	1,3828
7	1,5530
8	1,7320



2. Luas Permukaan Spesifik Zeolit Alam (ZA)

Waktu	Berat Zeolit yg Dipakai (gr)	Absorbansi	Xm (mg/gr)	Luas Permukaan (m ² /gr)
10	0,0516	0,2436	2,9339	10,8673
20	0,0518	0,2088	2,9540	10,9417
30	0,0503	0,2218	3,0300	11,2232
40	0,0500	0,2181	3,0516	11,3034
50	0,0503	0,1983	3,0518	11,3042
60	0,0510	0,157	3,0478	11,2893
70	0,0513	0,1378	3,0475	11,2881

3. Luas Permukaan Spesifik Zeolit Aktivasi (H-ZA)

Waktu	Berat Zeolit yg dipakai (gr)	Absorbansi	Xm (mg/gr)	Luas Permukaan (m ² /gr)
10	0,0507	0,1534	3,0692	11,3684
20	0,0508	0,1380	3,0773	11,3985
30	0,0508	0,1321	3,0828	11,4187
40	0,0500	0,1851	3,0825	11,4177
50	0,0501	0,1770	3,0839	11,4229
60	0,0508	0,1332	3,0817	11,4149
70	0,0510	0,1226	3,0794	11,4062

4. Luas Permukaan Spesifik Zeolit Modifikasi (TiO₂-HZA)

Waktu	Berat Zeolit yg dipakai (gr)	Absorbansi	Xm (mg/gr)	Luas permukaan (m ² /gr)
10	0,0508	0,1042	3,1085	11,5138
20	0,0507	0,1036	3,1151	11,5386
30	0,0506	0,1048	3,1202	11,5573
40	0,0505	0,1063	3,1250	11,5750
50	0,0505	0,1036	3,1275	11,5843
60	0,0507	0,0860	3,1314	11,5987
70	0,0508	0,0887	3,1227	11,5667

5. Luas Permukaan TiO₂

Waktu	Berat Zeolit yg dipakai (gr)	Absorbansi	Xm (mg/gr)	Luas permukaan (m ² /gr)
10	0,0515	0,6475	2,5728	9,5296
20	0,0501	0,7138	2,5828	9,5667
30	0,0500	0,7354	2,5677	9,5110
40	0,0519	0,5023	2,6838	9,9409
50	0,0500	0,7169	2,5850	9,5751
60	0,0506	0,4585	2,7932	10,3462
70	0,0503	0,4804	2,7895	10,3325

Contoh Perhitungan Penentuan Luas Permukaan

- a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit alam

Hasil absorbansi : 0,2436

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,2138x + 0,0595$$

$$0,2436 = 0,2138x + 0,0595$$

$$x = (0,2436 - 0,0595) / 0,2138$$

$$x = 0,8611 \text{ ppm}$$

- b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi

$$[\text{Methylene blue yang diserap zeolit}] = [\text{MB 16 ppm}] - [\text{MB sisa}]$$

$$= 16 \text{ ppm} - 0,8611 \text{ ppm}$$

$$= 14,9429 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= 14,9429 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L} = 0,1494 \text{ mg}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,1494 \text{ mg}}{0,0516 \text{ gram}}$$

$$X_m = 2,9339 \text{ mg/gram}$$

- c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$S = \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})}$$

$$S = \frac{2,9339 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500}$$

$$= 10,8673 \text{ m}^2/\text{gram}$$

Keterangan:

S = luas permukaan adsorben (m²/g)

N = bilangan avogadro (mol⁻¹)

X_m = berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)

A = luas penutupan oleh 1 molekul *methylene blue* (m²)

M_r = massa molekul relatif *methylene blue* (mg/mol)

Dimana :

bilangan avogadro (N)	= $6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
berat adsorbat teradsorpsi (Xm)	= 18,9082 mg/g
luas penutupan oleh 1 molekul <i>methylene blue</i> (A)	= $197 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$
massa molekul relatif <i>methylene blue</i> (Mr)	= 320,5 g/mol
	= 320500 mg/mol

3.3 Penentuan α Spesifik Glukosa dengan Metode Polarimeter

Konsentrasi Glukosa (g/mL)	α_{sg} (I) (°Z)	α_{sg} (II) (°Z)	α_{sg} (III) (°Z)	α_{sg} (IV) (°Z)	α_{sg} (V) (°Z)	Modus
0,02	7,3	7,2	7,2	7,3	7,2	7,2
0,04	14,6	14,7	14,7	14,7	14,6	14,7
0,06	21,1	21,1	21,1	21,2	21,2	21,1
0,08	27,8	27,6	27,7	27,7	27,7	27,7
0,1	37,5	37,5	37,5	37,45	37,5	37,5
0,12	42,6	42,6	42,65	42,7	42,6	42,6

α spesifik glukosa yang digunakan yaitu α spesifik glukosa yang banyak keluar ditinjau dari nilai modulusnya

Perhitungan Konsentrasi Glukosa 2 – 12 % dalam 25 mL

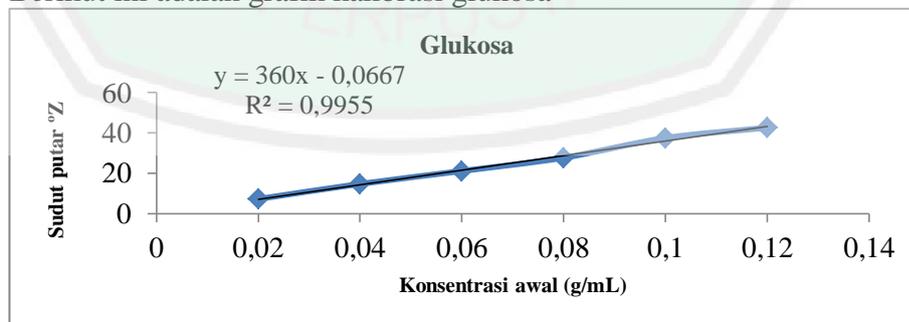
➤ Glukosa 2 %

$$\% \frac{b}{v} = \frac{2}{100} \times 25 = 0,5 \text{ gram} \rightarrow$$

merubah satuan dari $\% \frac{b}{v}$ menjadi $\frac{g}{mL}$ sehingga $\frac{0,5 \text{ gram}}{25 \text{ mL}} = 0,02 \text{ g/mL}$

➤ Glukosa 4 %, dan seterusnya

Berikut ini adalah grafik kalibrasi glukosa



dik dilakukan linearisasi sehingga didapat persamaan

$$\alpha_{obs} = L \alpha_{sg} [\text{glukosa}],$$

$$y = ax + b$$

dimana

α_{obs}	=	y
$L \alpha_{sg}$	=	a
[glukosa]	=	x

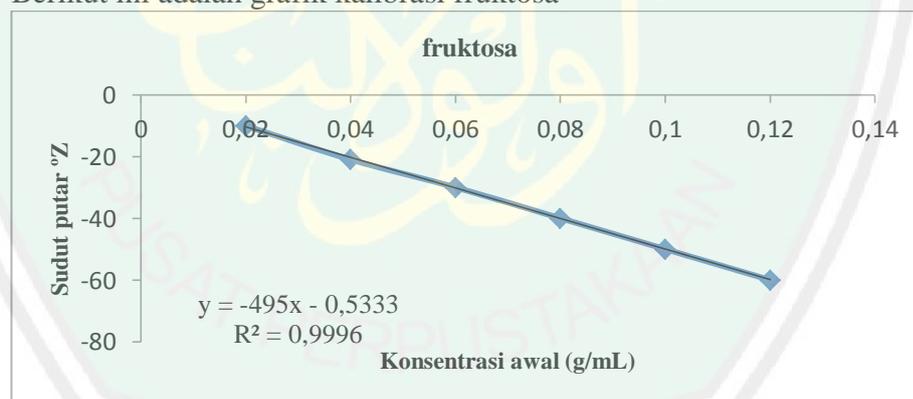
$$\begin{aligned}
 y &= 360x - 0,0667 \\
 \text{gradien} &= 360 \\
 \alpha \text{ glukosa. L} &= 360 \\
 \alpha \text{ glukosa. 2} &= 360 \\
 \alpha_{\text{sg}} &= 180
 \end{aligned}$$

3.4 Penentuan α Spesifik Fruktosa dengan Metode Polarimeter

Konsentrasi Fruktosa (g/mL)	α_{sf} (I) ($^{\circ}\text{Z}$)	α_{sf} (II) ($^{\circ}\text{Z}$)	α_{sf} (III) ($^{\circ}\text{Z}$)	α_{sf} (IV) ($^{\circ}\text{Z}$)	α_{sf} (V) ($^{\circ}\text{Z}$)	Modus
0,02	-10	-10,1	-10,1	-10,1	-10	-10,1
0,04	-20,1	-20,1	-21	-21	-21	-21
0,06	-30	-29,9	-29,9	-30	-30	-30
0,08	-41	-40	-40	-40	-40	-40
0,1	-50	-51	-50	-50	-50	-50
0,12	-60	-60	-60,5	-60	-60	-60

α spesifik fruktosa yang digunakan yaitu α spesifik fruktosa yang banyak keluar ditinjau dari nilai modulusnya

Berikut ini adalah grafik kalibrasi fruktosa



Dari grafik dilakukan linearisasi sehingga didapat persamaan

$$y = -495x - 0,5333$$

$$\begin{aligned}
 \text{gradien} &= -495x \\
 \alpha \text{ fruktosa. L} &= -495 \\
 \alpha \text{ fruktosa. 2} &= -495 \\
 \alpha_{\text{sf}} &= -247,5
 \end{aligned}$$

3.5 Penentuan Konsentrasi Glukosa Sisa dengan Metode Polarimeter

$$\text{Konsentrasi glukosa awal } [S_0] = \frac{5 \text{ g}}{50 \text{ mL}} = 0,1 \text{ g/mL}$$

1. Tanpa Katalis

• Suhu 110 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,45	1,45	1,45	0,1003	0,1003	0,1003	0,1003
120	1,4	1,45	1,45	0,0988	0,1003	0,1003	0,0988
180	1,4	1,4	1,4	0,0988	0,0988	0,0988	0,0988
240	1,4	1,4	1,4	0,0988	0,0988	0,0988	0,0988

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

• Suhu 120 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,45	1,45	1,45	0,1003	0,1003	0,1003	0,1003
120	1,4	1,35	1,35	0,0988	0,0974	0,0974	0,0978
180	1,35	1,35	1,35	0,0974	0,0974	0,0974	0,0974
240	1,3	1,35	1,3	0,0959	0,0974	0,0959	0,0964

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

• Suhu 130 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,45	1,45	1,45	0,1003	0,1003	0,1003	0,1003
120	1,4	1,35	1,35	0,0988	0,0974	0,0974	0,0978
180	1,3	1,3	1,3	0,0959	0,0959	0,0959	0,0959
240	1,3	1,3	1,3	0,0959	0,0959	0,0959	0,0959

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

2. Zeolit Aktivasi (H-ZA)

• Suhu 110 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,25	1,25	1,3	0,0944	0,0944	0,0959	0,0949
120	1,05	1,1	1,15	0,0886	0,0901	0,0915	0,0901
180	1	0,95	1,1	0,0871	0,0857	0,0901	0,0876
240	0,9	0,9	0,95	0,0842	0,0842	0,0857	0,0847

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

• Suhu 120 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,3	1,25	1,25	0,0959	0,0944	0,0944	0,0949
120	1,1	0,95	1,05	0,0901	0,0857	0,0886	0,0881
180	1	0,85	0,95	0,0871	0,0827	0,0857	0,0852
240	0,9	0,8	0,85	0,0842	0,0813	0,0827	0,0827

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

• Suhu 130 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,25	1,15	1,15	0,0944	0,0915	0,0915	0,0925
120	0,95	1,05	1,05	0,0857	0,0886	0,0886	0,0876
180	0,9	0,95	0,95	0,0842	0,0857	0,0857	0,0852
240	0,75	0,8	0,8	0,0798	0,0813	0,0813	0,0808

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

3. Zeolit Modifikasi ($\text{TiO}_2\text{-HZA}$)

• Suhu 110 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,15	1,1	1,1	0,0915	0,0901	0,0901	0,0906
120	0,95	1,0	1,0	0,0857	0,0871	0,0871	0,0866
180	0,85	0,75	0,9	0,0827	0,0798	0,0842	0,0822
240	0,55	0,65	0,65	0,0754	0,0769	0,0769	0,0764

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

• Suhu 120 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	0,95	1,0	0,95	0,0857	0,0871	0,0857	0,0862
120	0,85	0,8	0,8	0,0827	0,0813	0,0813	0,0818
180	0,6	0,65	0,7	0,0754	0,0769	0,0784	0,0769
240	0,5	0,5	0,55	0,0725	0,0725	0,074	0,0730

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

• Suhu 130 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	0,95	0,95	1	0,0857	0,0857	0,0871	0,0862
120	0,8	0,75	0,75	0,0813	0,0798	0,0798	0,0803
180	0,55	0,5	0,5	0,074	0,0725	0,0725	0,0730
240	0,45	0,45	0,5	0,0711	0,0711	0,0725	0,0716

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

4. TiO_2

- Suhu 110 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,3	1,35	1,3	0,0959	0,0974	0,0959	0,0964
120	1,15	1,2	1,25	0,0915	0,0930	0,0944	0,0930
180	1,1	1,1	1,1	0,0901	0,0901	0,0901	0,0901
240	0,9	0,9	0,95	0,0842	0,0842	0,0857	0,0847

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

- Suhu 120 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,35	1,3	1,35	0,0974	0,0959	0,0974	0,0969
120	1,15	1,2	1,1	0,0915	0,0930	0,0901	0,0915
180	0,85	1,0	0,9	0,0827	0,0871	0,0842	0,0847
240	0,75	0,75	0,7	0,0798	0,0798	0,0784	0,0793

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

- Suhu 130 °C

Waktu (menit)	Hasil Polarimeter*			[glukosa sisa] (g/mL)			Rata-rata [glukosa sisa] (g/mL)
	UI 1	UI 2	UI 3	UI 1	UI 2	UI 3	
0	1,5	1,5	1,5	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018
60	1,2	1,2	1,3	0,0930	0,0930	0,0959	0,0940
120	0,85	0,8	1,15	0,0827	0,0813	0,0915	0,0852
180	0,75	0,7	0,85	0,0798	0,0784	0,0827	0,0803
240	0,65	0,65	0,7	0,0769	0,0769	0,0784	0,0774

* nilai ini merupakan modus dari 5 kali pengamatan menggunakan alat polarimeter

Contoh perhitungan konsentrasi glukosa sisa :

➤ 60 menit tanpa katalis Suhu 110 °C

$$\begin{aligned}
 [\text{glukosa}] &= \frac{n \cdot \alpha(\text{obs}) - (\alpha(\text{sf}) \cdot L \cdot [\text{glukosa}]_0)}{L \cdot (\alpha(\text{sg}) - \alpha(\text{sf}))} \\
 &= \frac{25 \times 1,45 - (-247,5 \times 2 \times 0,1)}{2 \cdot (180 - (-247,5))} \\
 &= 0,1003 \text{ g/m}
 \end{aligned}$$

3.6 Penentuan Konversi Glukosa dengan Metode Polarimeter

Data Hasil Konversi

Suhu	tanpa katalis			Katalis H-ZA			Katalis TiO ₂ -HZA			Katalis TiO ₂		
	Ul.1	Ul.2	Ul.3	Ul.1	Ul.2	Ul.3	Ul.1	Ul.2	Ul.3	Ul.1	Ul.2	Ul.3
	0 jam											
110 °C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
120 °C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
130 °C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	1 jam											
110 °C	1,44	1,44	1,44	7,18	7,18	5,75	10,06	11,49	11,49	5,75	4,31	5,75
120 °C	1,44	1,44	1,44	5,75	7,18	7,18	15,80	14,37	15,80	4,31	5,75	4,31
130 °C	1,44	1,44	1,44	7,18	10,06	10,06	15,80	15,80	14,37	8,62	8,62	5,75
	2 jam											
110 °C	2,87	1,44	1,44	12,93	11,49	10,06	15,80	14,37	14,37	10,06	8,62	7,18
120 °C	2,87	4,31	4,31	11,49	15,8	12,93	18,68	20,11	20,11	10,06	8,62	11,49
130 °C	2,87	4,31	4,31	15,80	12,93	12,93	20,11	21,55	21,55	18,68	20,11	10,06
	3 jam											
110 °C	2,87	2,87	2,87	14,37	15,80	11,49	18,68	21,55	17,24	11,49	11,49	11,49
120 °C	4,31	4,31	4,31	14,37	18,68	15,80	25,86	24,43	22,99	18,68	14,37	17,24
130 °C	5,75	5,75	5,75	17,24	15,80	15,80	27,30	28,74	28,74	21,55	22,99	18,68
	4 jam											
110 °C	2,87	2,87	2,87	17,24	17,24	15,8	25,86	24,43	24,43	17,24	17,24	15,8
120 °C	5,75	4,31	5,75	17,24	20,11	18,68	28,74	28,74	27,30	21,55	21,55	22,99
130 °C	5,75	5,75	5,75	21,55	20,11	20,11	30,17	30,17	30,17	24,43	24,43	22,99

Contoh Perhitungan

$$\% \text{ konversi} = \frac{\text{Konsentrasi glukosa awal} - \text{konsentrasi glukosa akhir}}{\text{Konsentrasi glukosa awal}} \times 100 \%$$

➤ Tanpa Katalis 60 menit

$$\% \text{ konversi} = \frac{\text{Konsentrasi glukosa awal} - \text{konsentrasi glukosa akhir}}{\text{Konsentrasi glukosa awal}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ konversi} = \frac{0,1018 \text{ gr/mL} - 0,1003 \text{ gr/mL}}{0,1018 \text{ gr/mL}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ konversi} = 1,44 \%$$

3.7 Analisis Statistik

3.7.1 Perhitungan Manual

Data yang diperoleh berupa nilai konversi glukosa untuk masing-masing temperatur yang telah dilakukan analisis pada setiap jam ke-0,1,2,3 dan 4 dengan ulangan tiga kali. Sehingga rancangannya menggunakan Rancangan Acak

Kelompok Faktorial dimana faktor yang berpengaruh adalah temperatur, waktu dan jenis katalis. Sedangkan analisa hipotesis dilakukan dengan menggunakan uji ANOVA (Kusriningrum, 2012). Untuk mengetahui pengaruh perlakuan terhadap konversi glukosa yang diperoleh maka:

a. $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka perlakuan terdapat pengaruh sehingga H_0 ditolak berarti perlakuan berpengaruh pada konversi glukosa kemudian dilanjutkan dengan uji BNT.

b. $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka perlakuan tidak terdapat pengaruh sehingga H_0 diterima

Dimana:

A. Waktu

- H_0 (Hipotesa awal) adalah waktu tidak berpengaruh pada konversi glukosa
- H_1 (Hipotesa alternatif) adalah waktu berpengaruh pada konversi glukosa

B. Temperatur

- H_0 (Hipotesa awal) adalah variasi temperatur tidak berpengaruh pada konversi glukosa
- H_1 (Hipotesa alternatif) adalah variasi temperatur berpengaruh pada konversi glukosa

C. Jenis Katalis

- H_0 (Hipotesa awal) adalah jenis katalis tidak berpengaruh pada konversi glukosa
- H_1 (Hipotesa alternatif) adalah jenis katalis berpengaruh pada konversi glukosa

Tabel 1 (Tabel Data Konversi pada lampiran 3.6 yang disederhanakan)

Waktu (A)	Suhu ^o C (B)	Jenis Katalis (C)			
		c ₁ (tanpa katalis)	c ₂ (Katalis H-ZA)	c ₃ (Katalis TiO ₂ -HZA)	c ₄ (Katalis TiO ₂)
a ₀ (waktu 0 jam)	110	0	0	0	0
	120	0	0	0	0
	130	0	0	0	0
a ₁ (waktu 1 jam)	110	4,32	20,11	33,04	15,81
	120	4,32	20,11	45,97	14,37
	130	4,32	27,30	45,97	22,99
a ₂ (waktu 2 jam)	110	5,75	34,48	44,54	25,86
	120	11,49	40,22	58,90	30,17
	130	11,49	41,66	63,21	48,85
a ₃ (waktu 3 jam)	110	8,61	41,66	57,47	34,47
	120	12,93	48,85	73,28	50,29
	130	17,25	48,84	84,78	63,22
a ₄ (waktu 4 jam)	110	8,61	50,28	74,72	50,28
	120	15,81	56,03	84,78	66,09
	130	17,25	61,77	90,51	71,85

Tabel 2 (tabel 2 Arah untuk Faktor A dan Faktor B)

Waktu (A)	Suhu (B)			Total A
	110 °C	120 °C	130 °C	
a ₀ (waktu 0 jam)	0	0	0	0
a ₁ (waktu 1 jam)	73,28	84,77	100,58	258,63
a ₂ (waktu 2 jam)	110,63	140,8	165,21	416,62
a ₃ (waktu 3 jam)	142,21	185,4	214,09	541,65
a ₄ (waktu 4 jam)	183,89	222,7	241,38	647,98
Total B	510,01	633,6	721,26	1864,88

$$F.K = \frac{G^2}{rabc}$$

$$F.K = \frac{(1864,88)^2}{(3)(5)(3)(4)} = \frac{3477777,414}{180} = 19320,985$$

$$JK \text{ total} = \sum X^2 - F.K$$

$$= [(0)^2 + \dots + (22,99)^2] - 19320,985$$

$$= 14168,865$$

$$JK \text{ Kelompok} = \frac{\sum R^2}{abc} - F.K$$

$$= \frac{(627,85)^2 + (636,47)^2 + (600,56)^2}{(5)(3)(4)} - 19320,985$$

$$= 11,714$$

$$JK \text{ Perlakuan} = \frac{(0)^2 + \dots + (4,32)^2 + \dots + (71,85)^2}{3} - F.K$$

$$= \frac{(0)^2 + \dots + (8,61)^2 + \dots + (71,85)^2}{3} - 19320,985$$

$$= 13983,199$$

$$JK \text{ A (Waktu)} = \frac{\sum A^2}{rbc} - F.K$$

$$= \frac{(0)^2 + (258,63)^2 + \dots + (647,98)^2}{(3)(3)(4)} - 19320,985$$

$$= 7171,361$$

$$JK \text{ B (Suhu)} = \frac{\sum B^2}{rac} - F.K$$

$$= \frac{(510,01)^2 + (633,6)^2 + (721,26)^2}{(3)(5)(4)} - 19320,985$$

$$= 375,478$$

$$JK \text{ A X B (waktu x suhu)} = \frac{\sum (AB)^2}{rc} - F.K - JK \text{ A} - JK \text{ B}$$

$$= \frac{0^2 + (73,28)^2 + \dots + (241,38)^2}{(3)(4)} - 19320,985 - 7171,361 - 375,478$$

$$= 141,925$$

Tabel 3 (Tabel 2 Arah untuk Faktor A dan C)

Waktu (A)	Jenis Katalis (C)			
	c1 (tanpa katalis)	c2 (Katalis H-ZA)	c3 (Katalis TiO ₂ -HZA)	c4 (Katalis TiO ₂)
a0 (waktu 0 jam)	0	0	0	0
a1 (waktu 1 jam)	12,96	67,52	124,98	53,17
a2 (waktu 2 jam)	28,73	116,36	166,65	104,88
a3 (waktu 3 jam)	38,79	139,35	215,53	147,98
a4 (waktu 4 jam)	41,67	168,08	250,01	188,22
Total	122,15	491,31	757,17	494,25

$$JK C (\text{jenis katalis}) = \frac{\sum c^2}{rab} - F.K$$

$$= \frac{(122,15)^2 + (491,310)^2 + (757,170)^2 + (494,250)^2}{(3)(5)(3)} - 19320,985$$

$$= 4543,361$$

$$JK A X C (\text{waktu } x \text{ jenis katalis}) = \frac{\sum (AC)^2}{rb} - F.K - JK A - JK C$$

$$= \frac{(0)^2 + (12,96)^2 + \dots + (188,22)^2}{(3)(3)} - 19320,985 - 7171,361 - 4543,361$$

$$= 1575,897$$

Tabel 4 (Tabel 2 Arah untuk Faktor B dan C)

Suhu (B)	Jenis Katalis (C)			
	c1 (tanpa katalis)	c2 (Katalis H-ZA)	c3 (Katalis TiO ₂ -HZA)	c4 (Katalis TiO ₂)
110 °C	27,29	146,5	209,77	126,42
120 °C	44,55	165,2	262,93	160,92
130 °C	50,31	179,6	284,47	206,91

$$JK B X C (\text{suhu } x \text{ jenis katalis}) = \frac{\sum (BC)^2}{ra} - F.K - JK B - JK C$$

$$= \frac{(27,29)^2 + \dots + (206,91)^2}{(3)(5)} - 19320,985 - 375,478 - 4543,361$$

$$= 94,784$$

$$JK A X B X C (\text{waktu } x \text{ suhu } x \text{ jenis katalis})$$

$$= JK Perlakuan - JK A - JK B - JK C - JK AXB - JK AXC - JK BXC$$

$$= 13983,199 - 7171,361 - 375,478 - 4543,361 - 141,925 - 1575,897 - 94,784$$

$$= 80,390$$

$$JK Galat = JK total - JK.Perlakuan$$

$$JK Galat = 14168,865 - 80,390$$

$$= 185,666$$

Masukkan semua nilai dan dibandingkan F hitung engan F tabel

SK	dB	JK	KT	F Hitung	F Tabel 0,05	F Tabel 0,01
Waktu (A)	(a-1) =4	7171,362	1792,840	1216,173**	2,447	3,480
Suhu (B)	(b-1)=2	375,478	187,739	127,353**	3,072	4,787
Katalis (C)	(c-1) =3	4543,361	1514,454	1027,329**	2,680	3,949
A*B	(a-1)(b-1) =8	141,926	17,741	12,034**	2,016	2,663
A*C	(a-1)(c-1) =12	1575,897	131,325	89,084**	1,834	2,336
B*C	(b-1)(c-1) =6	94,785	15,797	10,716**	2,175	2,956
A*B*C	(a-1)(b-1)(c-1)=24	80,391	3,350	2,272**	1,608	1,950
Galat	(r-1)(abc)=120	185,666	1,547			
Total	abcr-1=179	14168,865				

** berbeda signifikan pada taraf 5% dan 1%

A = faktor waktu reaksi 0, 1, 2, 3 dan 4 jam (5 taraf)

B = faktor suhu reaksi 110 °C, 120 °C dan 130 °C (3 taraf)

C = faktor jenis katalis, tanpa katalis, katalis H-ZA, TiO₂-HZA, dan TiO₂ (4 taraf)

r = Ulangan/kelompok (3 kali)

Untuk setiap sumber keragaman, hitung nilai kuadrat tengah dengan membagi JK dengan derajat bebas (*d.b.*):

Contoh:

$$KT \text{ waktu} = \frac{JK \text{ waktu}}{r-1}$$

$$= \frac{7171,362}{5-1} = 1792,840$$

Hitung nilai F untuk setiap pngaruh dengan membagi setiap kuadrat tengah dengan kuadrat tengah galat percobaan yang sesuai:

Contoh:

$$F(\text{waktu}) = \frac{KT \text{ waktu}}{KT \text{ galat}}$$

$$= \frac{1792,840}{1,547} = 1216,173$$

3.7.2 Perhitungan Minitab 16

Hasil Ouput Statistika Minitab

General Linear Model: Hasil Konversi versus Waktu; Suhu; Jenis Katalis

Factor	Type	Levels	Values
Waktu	fixed	5	0; 1; 2; 3; 4
Suhu	fixed	3	110; 120; 130
Jenis Katalis	fixed	4	1; 2; 3; 4

Analysis of Variance for Hasil Konversi, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Waktu	4	7171,36	7171,36	1792,84	1158,75	0,000
Suhu	2	375,48	375,48	187,74	121,34	0,000
Jenis Katalis	3	4543,36	4543,36	1514,45	978,83	0,000
Waktu*Suhu	8	141,93	141,93	17,74	11,47	0,000
Waktu*Jenis Katalis	12	1575,90	1575,90	131,32	84,88	0,000
Suhu*Jenis Katalis	6	94,78	94,78	15,80	10,21	0,000
Waktu*Suhu*Jenis Katalis	24	80,39	80,39	3,35	2,16	0,003
Error	120	185,67	185,67	1,55		
Total	179	14168,87				

S = 1,24387 R-Sq = 98,69% R-Sq(adj) = 98,05%

Interpretasi Ouput M-ANOVA

Jika nilai $p > 0,05$ tidak ada pengaruh faktor perlakuan terhadap konversi glukosa

Jika nilai $p < 0,05$ ada pengaruh faktor perlakuan terhadap konversi glukosa

Karena nilai $p < 0,05$ maka dilanjutkan uji BNT

Grouping Information Using Tukey Method and 95,0% Confidence

Waktu	N	Mean	Grouping
4	36	17,9994	A
3	36	15,0458	B
2	36	11,5728	C
1	36	7,1842	D
0	36	-0,0000	E

Means that do not share a letter are significantly different.

Grouping Information Using Tukey Method and 95,0% Confidence

Suhu	N	Mean	Grouping
130	60	12,0210	A
120	60	10,5602	B
110	60	8,5002	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Grouping Information Using Tukey Method and 95,0% Confidence

Jenis Katalis	N	Mean	Grouping
3	45	16,8260	A
4	45	10,9833	B
2	45	10,9180	B
1	45	2,7144	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Interpretasi Ouput Tukey/BNT

1. Yang berada dalam grup yang sama artinya tidak berbeda nyata (tidak signifikan)
2. Yang berada dalam grup yang berbeda artinya berbeda nyata (signifikan) satu sama lain

3.7.3 Perhitungan SPSS 18

Hasil Ouput Statistika SPSS

Univariate Analysis of Variance

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable: Hasil

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	13983,199 ^a	59	237,003	153,181	,000
Intercept	19320,986	1	19320,986	12487,585	,000
Waktu	7171,362	4	1792,840	1158,753	,000
Suhu	375,478	2	187,739	121,340	,000
Katalis	4543,361	3	1514,454	978,825	,000
Waktu * Suhu	141,926	8	17,741	11,466	,000
Waktu * Katalis	1575,897	12	131,325	84,878	,000
Suhu * Katalis	94,785	6	15,797	10,210	,000
Waktu * Suhu * Katalis	80,391	24	3,350	2,165	,003
Error	185,666	120	1,547		
Total	33489,851	180			
Corrected Total	14168,865	179			

a. R Squared = ,987 (Adjusted R Squared = ,980)

Interpretasi Ouput M-ANOVA

Jika nilai sig > 0,05 tidak ada pengaruh faktor perlakuan terhadap konversi glukosa

Jika nilai sig < 0,05 ada pengaruh faktor perlakuan terhadap konversi glukosa

Karena nilai sig < 0,05 maka dilanjutkan uji BNT

Post Hoc Tests

Waktu

Homogeneous Subsets

Hasil

Tukey HSD^{a,b}

Waktu	N	Subset				
		1	2	3	4	5
0	36	,0000				
1	36		7,1842			
2	36			11,5728		
3	36				15,0458	
4	36					17,9994
Sig.		1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 1,547.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 36,000.

b. Alpha = 0,05.

Suhu**Homogeneous Subsets****Hasil**Tukey HSD^{a,b}

Suhu	N	Subset		
		1	2	3
110	60	8,5002		
120	60		10,5602	
130	60			12,0210
Sig.		1,000	1,000	1,000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 1,547.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 60,000.

b. Alpha = 0,05.

Katalis**Homogeneous Subsets****Hasil**Tukey HSD^{a,b}

Katalis	N	Subset		
		1	2	3
1	45	2,7144		
2	45		10,9180	
4	45		10,9833	
3	45			16,8260
Sig.		1,000	,995	1,000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 1,547.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 45,000.

b. Alpha = 0,05.

Interpretasi Ouput Tukey HSD/BNT

1. Yang berada dalam subset yang sama artinya tidak berbeda nyata (tidak signifikan)
2. Yang berada dalam subset yang berbeda artinya berbeda nyata (signifikan) satu sama lain

3.8 Perhitungan Selektivitas Fruktosa dan Konversi Glukosa Berdasarkan Hasil HPLC

a) Perhitungan Konsentrasi Glukosa, Fruktosa dan Manosa

Tabel Selektivitas

Nama sampel	Kode sampel	Senyawa	Waktu Retensi (menit)	Luas area	% relatif senyawa
H-ZA, 130 °C, 4 jam	112	Glukosa	9,283	14691209	73,91
		Fruktosa	12,717	753616	4,78
		Manosa	10,783	132804	1,15
TiO ₂ , 130 °C, 4 jam	120	Glukosa	9,250	16596753	75,86
		Fruktosa	12,650	381978	2,10
		Manosa	10,833	207616	1,35
TiO ₂ -HZA, 120 °C, 4 jam	117	Glukosa	9,283	16449808	54,43
		Fruktosa	12,650	588901	2,10
		Manosa	10,900	325818	1,31
TiO ₂ -HZA, 130 °C, 3 jam	121	Glukosa	9,267	16163596	69,59
		Fruktosa	12,717	487276	2,61
		Manosa	10,750	402089	1,53
TiO ₂ -HZA, 130 °C, 4 jam	116	Glukosa	9,283	16403485	75,54
		Fruktosa	12,683	428438	2,52
		Manosa	10,850	754576	3,64

Keterangan:

Standar: Glukosa, konsentrasi 1,0012%, Rt = 9,267, luas area = 144956856,
 Fruktosa, konsentrasi 1%, Rt = 12,733, luas area = 136049132,
 Manosa, konsentrasi 1%, Rt = 10,883, luas area = 126639227,
 Rt (*time retention*) atau waktu retensi.

Perhitungan standar glukosa 1 %

massa glukosa = 0,2503

Volume labu = 25 ml

Sehingga konsentrasi hitung= 1,0012 %

Perhitungan standar fruktosa 1 %

massa fruktosa = 0,2500

Volume labu = 25 ml

Sehingga konsentrasi hitung= 1,0000 %

Perhitungan standar manosa 1 %

massa manosa = 0,2500

Volume labu = 25 ml

Sehingga konsentrasi hitung= 1,0000 %

Tabel Konversi

Nama Sampel	% Relatif Glukosa sisa	% Relatif Konversi Glukosa
H-ZA, 130 °C, 4 jam	73,91	26,09
TiO ₂ , 130 °C, 4 jam	75,86	24,14
TiO ₂ -HZA, 120 °C, 4 jam	54,43	45,57
TiO ₂ -HZA, 130 °C, 3 jam	69,59	30,41
TiO ₂ -HZA, 130 °C, 4 jam	75,54	24,46

Contoh perhitungan:

H-ZA, 130 °C, 4 jam

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Konversi} &= (100 - \% \text{ glukosa sisa}) \\
 &= (100 - 73,91) \\
 &= 26,09 \%
 \end{aligned}$$

3.9 Kinetika Reaksi Isomerisasi Glukosa

3.9.1 Perhitungan Orde Reaksi

Nilai orde ditentukan dari tingkat linearitas (R^2) yang paling baik (mendekati 1)

1. Tanpa Katalis (NC/No Catalyst)

a) NC 110 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,1003	0,1003	0,1003	0,1003	-2,2996	9,9701
7200	0,0988	0,1003	0,1003	0,0998	-2,3046	10,0200
10800	0,0988	0,0988	0,0988	0,0988	-2,3147	10,1215
14400	0,0988	0,0988	0,0988	0,0988	-2,3147	10,1215

b) NC 120 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,1003	0,1003	0,1003	0,1003	-2,2996	9,9701
7200	0,0988	0,0974	0,0974	0,0979	-2,3241	10,2180
10800	0,0974	0,0974	0,0974	0,0974	-2,3289	10,2669
14400	0,0959	0,0974	0,0959	0,0964	-2,3392	10,3734

c) NC 130 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,1003	0,1003	0,1003	0,1003	-2,2996	9,9701
7200	0,0988	0,0974	0,0974	0,0979	-2,3241	10,2180
10800	0,0959	0,0959	0,0959	0,0959	-2,3444	10,4275
14400	0,0959	0,0959	0,0959	0,0959	-2,3444	10,4275

Hasil konstanta laju NC untuk variasi suhu

Suhu (°C)	Orde 0			Orde 1			Orde 2		
	y	R ²	k	y	R ²	k	y	R ²	k
110	-2E-07x + 0,1014	0,9073	2×10 ⁻⁷	-2E-06x - 2,2887	0,9089	2×10 ⁻⁶	2E-05x + 9,8617	0,9106	2×10 ⁻⁵
120	-4E-07x + 0,1015	0,9465	4×10 ⁻⁷	-4E-06x - 2,2877	0,9484	4×10 ⁻⁶	4E-05x + 9,8509	0,9504	4×10 ⁻⁵
130	-4E-07x + 0,1016	0,9392	4×10 ⁻⁷	-5E-06x - 2,2866	0,9399	5×10 ⁻⁶	5E-05x + 9,84	0,9406	5×10 ⁻⁵

Keterangan:

y = persamaan linier, R² = linearitas, k = konstanta laju

2. Katalis H-ZA

a) H-ZA 110 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata [A] _t	ln [A] _t	1/[A] _t
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0944	0,0944	0,0959	0,0949	-2,3549	10,5374
7200	0,0886	0,0901	0,0915	0,0901	-2,4072	11,1029
10800	0,0871	0,0857	0,0901	0,0876	-2,4346	11,4112
14400	0,0842	0,0842	0,0857	0,0847	-2,4686	11,8064

b) H-ZA 120 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata [A] _t	ln [A] _t	1/[A] _t
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0959	0,0944	0,0944	0,0949	-2,3549	10,5374
7200	0,0901	0,0857	0,0886	0,0881	-2,4289	11,3464
10800	0,0871	0,0827	0,0857	0,0852	-2,4631	11,7417
14400	0,0842	0,0813	0,0827	0,0827	-2,4921	12,0870

c) H-ZA 130 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0944	0,0915	0,0915	0,0925	-2,3809	10,8147
7200	0,0857	0,0886	0,0886	0,0876	-2,4346	11,4112
10800	0,0842	0,0857	0,0857	0,0852	-2,4628	11,7371
14400	0,0798	0,0813	0,0813	0,0808	-2,5158	12,3762

Hasil konstanta laju H-ZA untuk variasi suhu

Suhu (°C)	Orde 0			Orde 1			Orde 2		
	y	R ²	k	y	R ²	k	y	R ²	k
110	-1E-06x + 0,1001	0,9532	1×10^{-6}	-1E-05x - 2,3005	0,9636	1×10^{-5}	0,0001x + 9,9682	0,9727	1×10^{-4}
120	-1E-06x + 0,1001	0,9491	1×10^{-6}	-1E-05x - 2,3002	0,9593	1×10^{-5}	0,0002x + 9,9608	0,9683	2×10^{-4}
130	-1E-06x + 0,0994	0,9418	1×10^{-6}	-2E-05x - 2,307	0,956	2×10^{-5}	0,0002x + 10,027	0,9677	2×10^{-4}

Keterangan:

y = persamaan linier, R² = linearitas, k = konstanta laju3. Katalis TiO₂-HZAa) TiO₂-HZA 110 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0915	0,0901	0,0901	0,0906	-2,4017	11,0416
7200	0,0857	0,0871	0,0871	0,0866	-2,4461	11,5429
10800	0,0827	0,0798	0,0842	0,0822	-2,4982	12,1605
14400	0,0754	0,0769	0,0769	0,0764	-2,5718	13,0890

b) $\text{TiO}_2\text{-HZA } 120^\circ\text{C}$

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0857	0,0871	0,0857	0,0862	-2,4515	11,6054
7200	0,0827	0,0813	0,0813	0,0818	-2,5039	12,2299
10800	0,0754	0,0769	0,0784	0,0769	-2,5652	13,0039
14400	0,0725	0,0725	0,074	0,0730	-2,6173	13,6986

c) $\text{TiO}_2\text{-HZA } 130^\circ\text{C}$

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata $[A]_t$	$\ln [A]_t$	$1/[A]_t$
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0857	0,0857	0,0871	0,0862	-2,4515	11,6054
7200	0,0813	0,0798	0,0798	0,0803	-2,5220	12,4533
10800	0,074	0,0725	0,0725	0,0730	-2,6173	13,6986
14400	0,0711	0,0711	0,0725	0,0716	-2,6371	13,9730

Hasil konstanta laju $\text{TiO}_2\text{-HZA}$ untuk variasi suhu

Suhu ($^\circ\text{C}$)	Orde 0			Orde 1			Orde 2		
	y	R^2	k	y	R^2	k	y	R^2	k
110	$-2\text{E}-06x + 0,0994$	0,9565	2×10^{-6}	$-2\text{E}-05x - 2,3064$	0,97	2×10^{-5}	$0,0002x + 10,001$	0,9788	2×10^{-4}
120	$-2\text{E}-06x + 0,0973$	0,898	2×10^{-6}	$-2\text{E}-05x - 2,3288$	0,9528	2×10^{-5}	$0,0003x + 10,242$	0,9497	3×10^{-4}
130	$-2\text{E}-06x + 0,0973$	0,9028	2×10^{-6}	$-2\text{E}-05x - 2,3284$	0,9277	2×10^{-5}	$0,0003x + 10,232$	0,9479	3×10^{-4}

Keterangan:

y = persamaan linier, R^2 = linearitas, k = konstanta laju

Contoh Perhitungan:

Orde-0

$$[A]_t = -kt + [A]_0$$

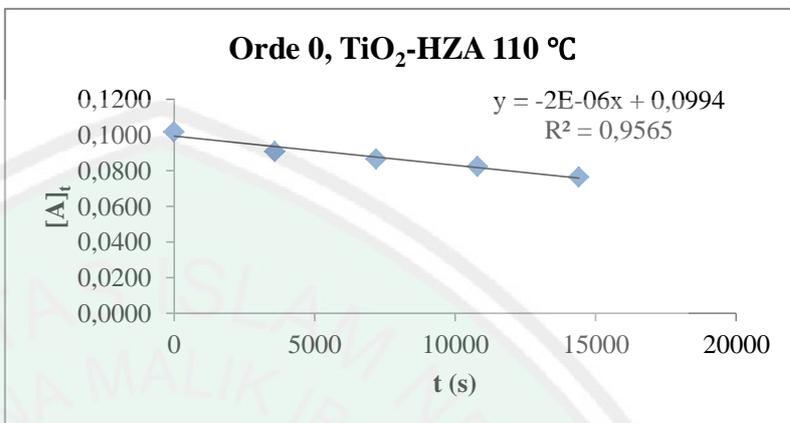
$$y = mx + b$$

$$y = -2 \times 10^{-6}x + 0,0994$$

$$\text{slope} = -k$$

$$k = 2 \times 10^{-6}$$

$[A]_0$, pada saat $t = 0$



Orde-1

$$\ln [A]_t = -kt + \ln [A]_0$$

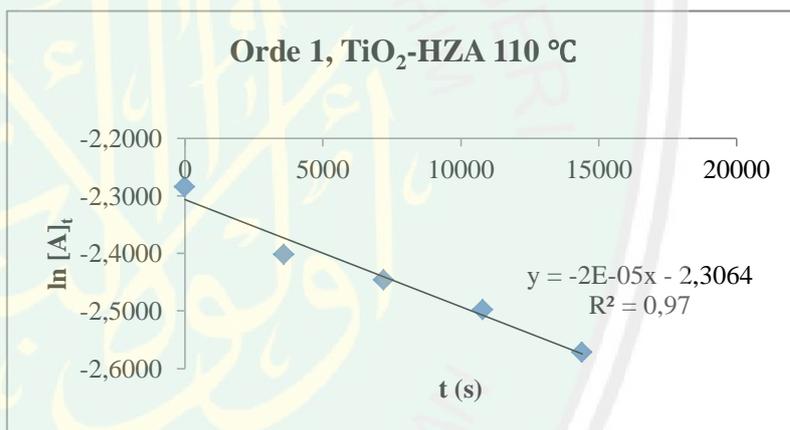
$$y = mx + b$$

$$y = -2 \times 10^{-5}x - 2,3064$$

$$\text{slope} = -k$$

$$k = 2 \times 10^{-5}$$

$\ln [A]_0$, pada saat $t = 0$



Orde-2

$$1/[A]_t = kt + 1/[A]_0$$

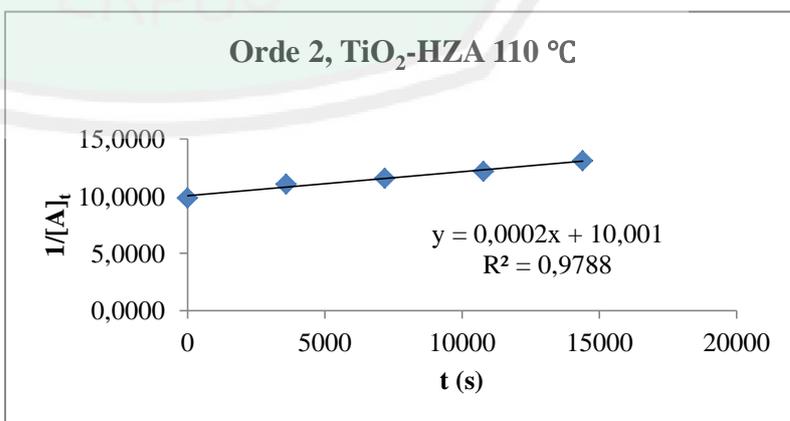
$$y = mx + b$$

$$y = 2 \times 10^{-4}x + 10,001$$

$$\text{slope} = k$$

$$k = 2 \times 10^{-4}$$

$1/[A]_0$, pada saat $t = 0$



4. Katalis TiO₂

a) TiO₂ 110 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata [A] _t	ln [A] _t	1/[A] _t
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0959	0,0974	0,0959	0,0964	-2,3392	10,3734
7200	0,0915	0,0930	0,0944	0,0930	-2,3755	10,7565
10800	0,0901	0,0901	0,0901	0,0901	-2,4068	11,0988
14400	0,0842	0,0842	0,0857	0,0847	-2,4686	11,8064

b) TiO₂ 120 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata [A] _t	ln [A] _t	1/[A] _t
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0974	0,0959	0,0974	0,0969	-2,3341	10,3199
7200	0,0915	0,0930	0,0901	0,0915	-2,3911	10,9250
10800	0,0827	0,0871	0,0842	0,0847	-2,4690	11,8110
14400	0,0798	0,0798	0,0784	0,0793	-2,5341	12,6050

c) TiO₂ 130 °C

t (detik)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	konsentrasi glukosa sisa (gr/mL)	Konsentrasi rata-rata [A] _t	ln [A] _t	1/[A] _t
0	0,1018	0,1018	0,1018	0,1018	-2,2847	9,8232
3600	0,0930	0,093	0,0959	0,0940	-2,3648	10,6421
7200	0,0827	0,0813	0,0915	0,0852	-2,4631	11,7417
10800	0,0798	0,0784	0,0827	0,0803	-2,5220	12,4533
14400	0,0769	0,0769	0,0784	0,0774	-2,5588	12,9199

Hasil konstanta laju TiO₂ untuk variasi suhu

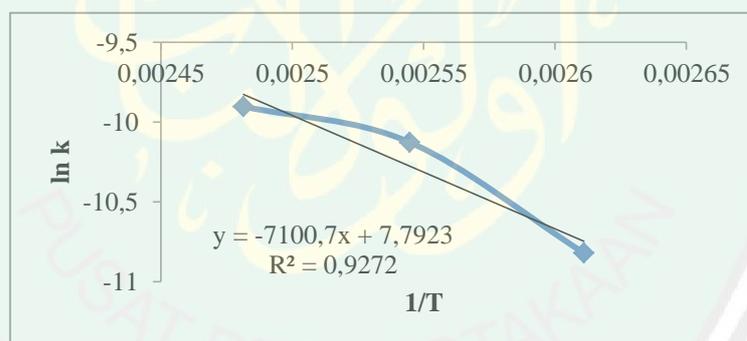
Suhu (°C)	Orde 0			Orde 1			Orde 2		
	y	R ²	k	y	R ²	k	y	R ²	k
110	-1E-06x + 0,1013	0,9874	1×10 ⁻⁶	-1E-05x - 2,2879	0,9869	1×10 ⁻⁵	0,0001x + 9,8333	0,9844	1×10 ⁻⁴
120	-2E-06x + 0,1023	0,9968	2×10 ⁻⁶	-2E-05x - 2,2759	0,9933	2×10 ⁻⁵	0,0002x + 9,6859	0,9875	2×10 ⁻⁴
130	-2E-06x + 0,1002	0,9627	2×10 ⁻⁶	-2E-05x - 2,2976	0,973	2×10 ⁻⁵	0,0002x + 9,9151	0,9813	2×10 ⁻⁴

3.9.2 Perhitungan Energi Aktivasi

1. Tanpa Katalis (NC/No Catalyst)

Plot T dan k pada Orde 2

T	k	1/T	ln k
383	2×10 ⁻⁵	0,002610966	-10,81977828
393	4×10 ⁻⁵	0,002544529	-10,1266311
403	5×10 ⁻⁵	0,00248139	-9,903487553



Persamaan Arrhenius

$$k = Ae^{-E_a/RT}$$

$$\ln k = \left(-\frac{E_a}{R}\right)\left(\frac{1}{T}\right) + \ln A$$

$$y = (a)(x) + b$$

$$y = -7100,7x + 7,7923$$

$$m = -7100,7 = \left(-\frac{E_a}{R}\right)$$

$$7100,7 = \left(\frac{E_a}{R}\right)$$

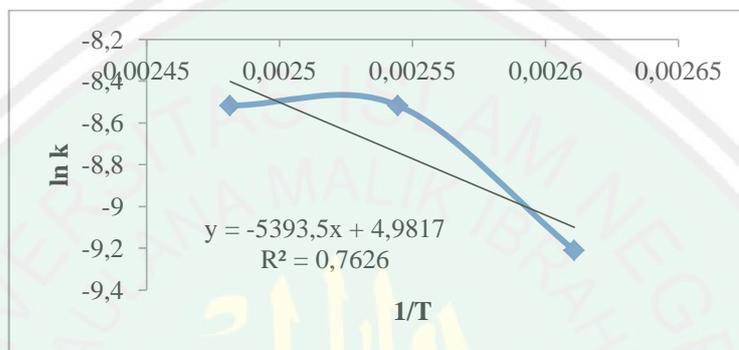
$$E_a = 7100,7 \times R$$

$$= 7100,7 \times 8,314 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

$$E_a = 59.035,2 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

2. Katalis H-ZA

T	k	1/T	ln k
383	1×10^{-4}	0,002610966	-9,210340372
393	2×10^{-4}	0,002544529	-8,517193191
403	2×10^{-4}	0,00248139	-8,517193191



$$y = (a)(x) + b$$

$$y = -5393,5x + 4,9817$$

$$m = -5393,5 = \left(-\frac{E_a}{R}\right)$$

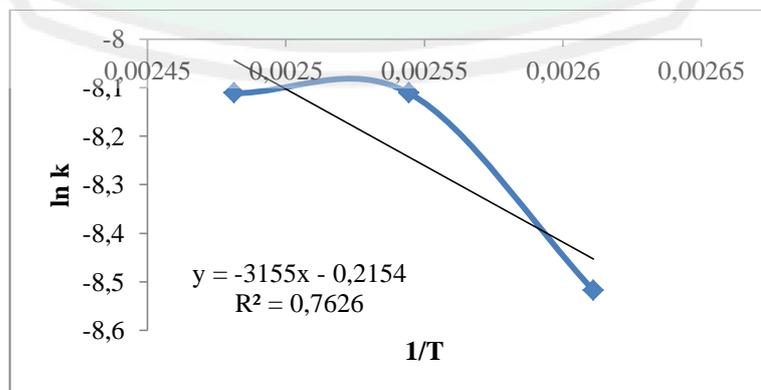
$$5393,5 = \left(\frac{E_a}{R}\right)$$

$$E_a = 5393,5 \times R = 5393,5 \times 8,314 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

$$E_a = 44.841,56 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

3. Katalis TiO_2 -HZA

T	k	1/T	ln k
383	2×10^{-4}	0,002610966	-8,517193191
393	3×10^{-4}	0,002544529	-8,111728083
403	3×10^{-4}	0,00248139	-8,111728083



$$y = -3155x - 0,2154$$

$$m = -3155 = \left(-\frac{E_a}{R}\right)$$

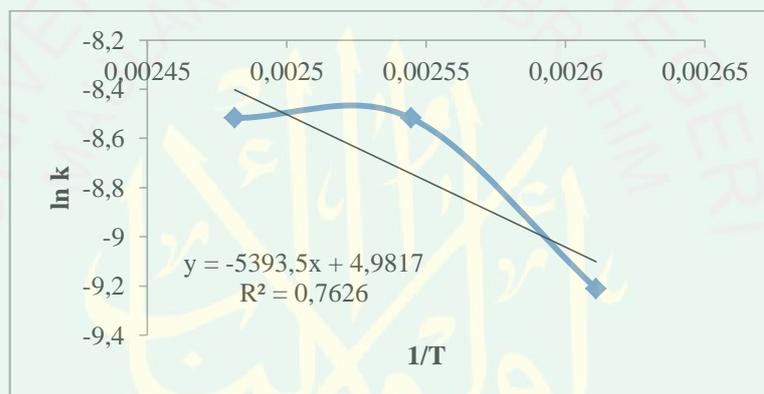
$$3155 = \left(\frac{E_a}{R}\right)$$

$$E_a = 3155 \times R = 3155 \times 8,314 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

$$E_a = 26.230,67 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

4. Katalis TiO₂

T	k	1/T	ln k
383	1×10^{-4}	0,002611	-9,21034
393	2×10^{-4}	0,0025445	-8,517193
403	2×10^{-4}	0,0024814	-8,517193



$$y = -5393,5x + 4,9817$$

$$m = -5393,5 = \left(-\frac{E_a}{R}\right)$$

$$5393,5 = \left(\frac{E_a}{R}\right)$$

$$E_a = 5393,5 \times R = 5393,5 \times 8,314 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

$$E_a = 44.841,56 \text{ j. mol}^{-1}\text{K}^{-1}$$

Lampiran 4. Data Mentah Karakterisasi

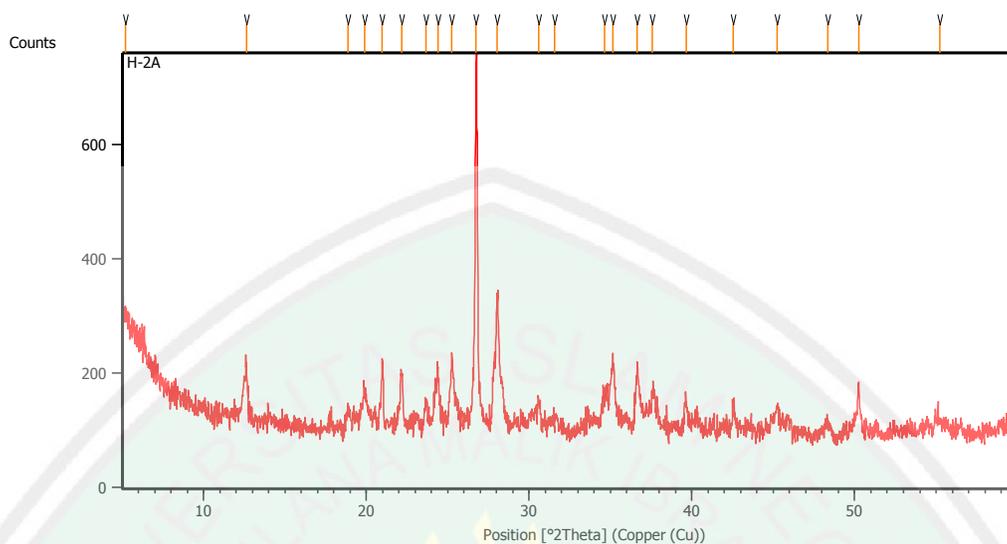
4.1 Karakterisasi XRD

a) Katalis H-ZA

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	H-ZA
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Januari\Mohammad Yusuf\H-ZA\H-2A.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/23/2014 4:27:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffraction Type	XPert MPD
Diffraction Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

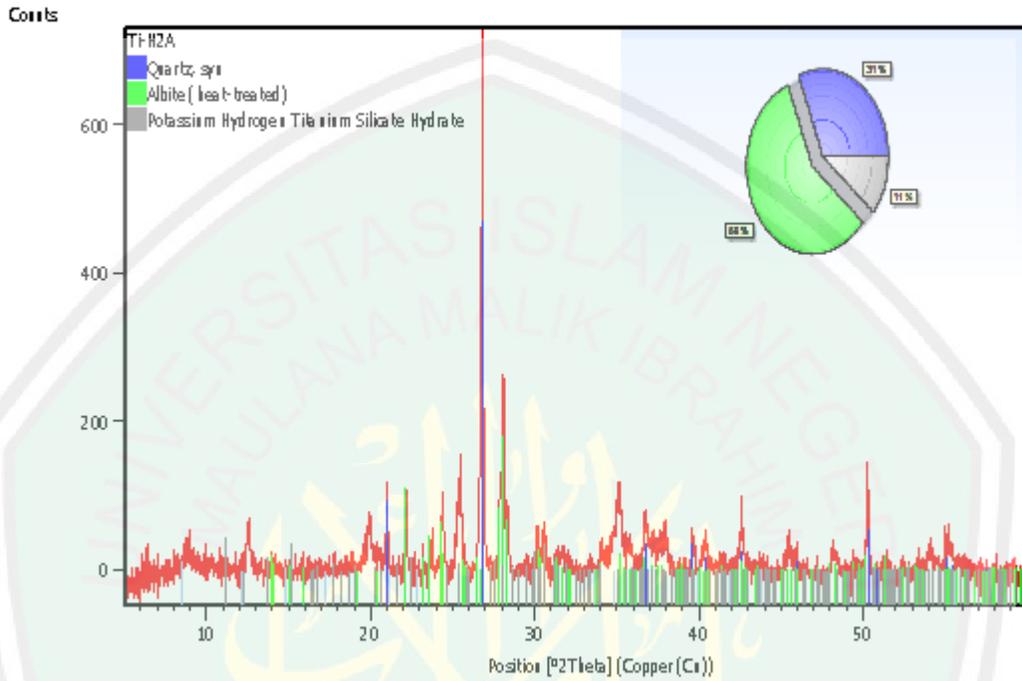
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1777	72.04	0.4015	17.06789	11.11
12.6449	82.28	0.1673	7.00063	12.68
18.8799	35.59	0.2007	4.70044	5.49
19.8948	67.76	0.2007	4.46290	10.44
20.9708	125.29	0.1171	4.23627	19.31
22.1681	99.95	0.1673	4.01010	15.41
23.6713	48.21	0.1673	3.75874	7.43
24.3882	107.48	0.1338	3.64986	16.57
25.2609	126.89	0.2007	3.52571	19.56
26.7406	648.71	0.1171	3.33387	100.00
28.0096	224.97	0.1171	3.18565	34.68
30.6056	49.25	0.1338	2.92110	7.59
31.5651	20.78	0.5353	2.83446	3.20
34.6332	58.78	0.2007	2.59007	9.06
35.1651	116.99	0.2676	2.55210	18.03
36.6451	118.00	0.1004	2.45235	18.19
37.5791	65.55	0.1673	2.39352	10.10
39.6321	43.45	0.1171	2.27414	6.70
42.5534	45.67	0.1004	2.12454	7.04
45.2391	44.74	0.2007	2.00446	6.90
48.3690	24.35	0.3346	1.88182	3.75
50.2414	90.19	0.1004	1.81599	13.90
55.2294	19.06	0.8029	1.66321	2.94

b) Katalis TiO₂-HZA

Anchor Scan Parameters

Dataset Name:	Ti-HZA
File name:	E:\DATA PENGUJIAN\Analisa\Mohammad Yusuf\Ti-HZA\Ti-HZA.xrdml
Comment:	Configuration=Reflection-Transmission Spinner, Owner=User-1, Creation date=12/2/2011 8:19:55 AM Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1 Diffractometer system=XPERT-PRO Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\scan 10-90.xrdmp, Identifier={256CD602-81A9-4600-B3D4-05BE88656069} 1/23/2014 4:18:35 PM
Measurement Date / Time:	1/23/2014 4:18:35 PM
Operator:	Institut Teknologi
Raw Data Origin:	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis:	Gonio
Start Position [°2Th.]:	5.0084
End Position [°2Th.]:	59.9864
Step Size [°2Th.]:	0.0170
Scan Step Time [s]:	10.1600
Scan Type:	Continuous
PSD Mode:	Scanning
PSD Length [°2Th.]:	2.12
Offset [°2Th.]:	0.0000
Divergence Slit Type:	Fixed
Divergence Slit Size [°]:	0.2177
Specimen Length [mm]:	10.00
Measurement Temperature [°C]:	25.00
Anode Material:	Cu
K-Alpha1 [Å]:	1.54060
K-Alpha2 [Å]:	1.54443
K-Beta [Å]:	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio:	0.50000
Generator Settings:	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type:	0000000011119014
Diffractometer Number:	0
Goniometer Radius [mm]:	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]:	100.00
Incident Beam Monochromator:	No
Spinning:	No

Graphics



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.3472	20.03	0.0502	13.92559	2.90
6.4327	33.86	0.0502	13.74070	4.90
6.6058	4.84	0.0669	13.38089	0.70
7.0726	25.08	0.0502	12.49882	3.63
7.7434	11.30	0.0502	11.41749	1.63
7.8479	12.87	0.0502	11.26572	1.86
8.5067	12.67	0.1004	10.39470	1.83
8.9185	28.29	0.2007	9.91562	4.09
9.1640	15.03	0.0502	9.65049	2.17
9.5749	14.22	0.1004	9.23725	2.06
9.8867	15.66	0.1004	8.94663	2.26
10.3104	13.86	0.0502	8.57994	2.00
10.5941	4.84	0.0502	8.35075	0.70
10.8645	16.66	0.1004	8.14353	2.41
11.2150	10.77	0.2007	7.88982	1.56
11.7069	6.53	0.1004	7.55940	0.94
12.0918	7.74	0.0335	7.31960	1.12
12.2880	24.73	0.0502	7.20318	3.57
12.6140	49.53	0.1673	7.01772	7.16
13.3800	0.48	0.1004	6.61763	0.07
13.7403	12.04	0.1004	6.44489	1.74
13.9968	10.45	0.1004	6.32737	1.51

14.3504	10.06	0.0502	6.17224	1.45
14.8247	11.91	0.0502	5.97583	1.72
15.0075	13.88	0.0502	5.90343	2.01
15.1918	10.43	0.0502	5.83225	1.51
15.4159	20.07	0.0502	5.74797	2.90
15.9211	13.17	0.0335	5.56668	1.90
16.1879	18.31	0.0502	5.47552	2.65
16.3536	7.45	0.0502	5.42042	1.08
16.7433	5.59	0.1004	5.29514	0.81
16.9277	6.10	0.0502	5.23787	0.88
17.4530	16.62	0.0669	5.08139	2.40
17.7403	21.28	0.0502	4.99972	3.08
18.1505	14.87	0.0502	4.88765	2.15
18.4304	13.79	0.0502	4.81404	1.99
18.5521	21.53	0.0669	4.78276	3.11
18.8831	14.87	0.1338	4.69966	2.15
19.4200	15.71	0.0335	4.57092	2.27
19.9456	69.32	0.1004	4.45163	10.02
20.5957	32.77	0.0502	4.31257	4.74
21.0077	117.74	0.1004	4.22891	17.02
22.1840	97.20	0.1004	4.00727	14.05
22.5251	12.21	0.0502	3.94735	1.76
22.7023	25.13	0.0502	3.91693	3.63
23.0172	12.84	0.0502	3.86405	1.86
23.1620	36.78	0.0502	3.84023	5.32
23.7433	46.43	0.0502	3.74750	6.71
24.3580	89.52	0.2007	3.65431	12.94
25.2040	65.37	0.1673	3.53354	9.45

Pattern List

Visible Chem. Formula	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ. [°2Th]	Scale Fac.
* SiO2	01-086-1628	36	Silicon Oxide	0.073	0.645
* Na (Al Si3 O8)	01-089-6427	17	Sodium Aluminum Si..	0.069	0.249
* K1.2 H0.8 Ti (Si3..	01-070-3606	Unmatch	Potassium Hydrogen..	0.046	0.063

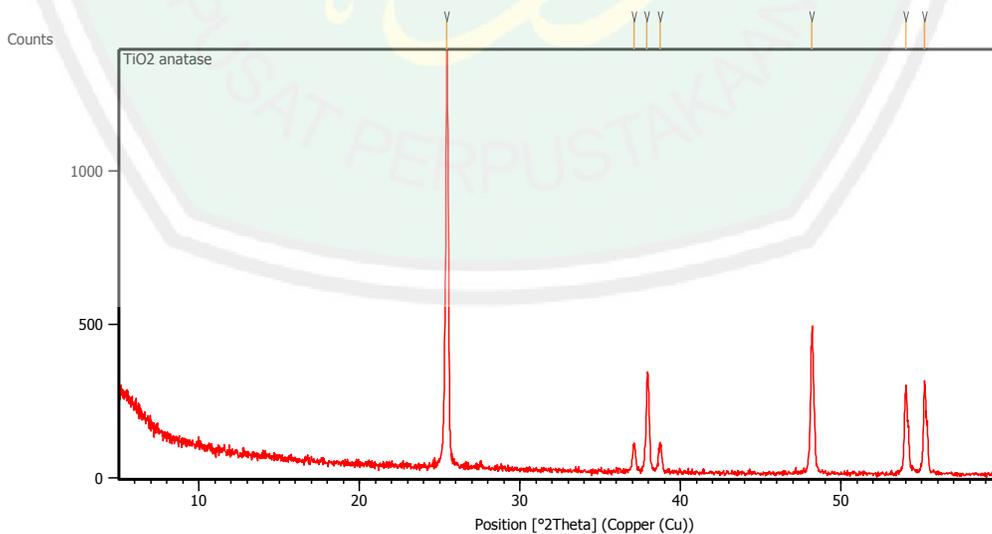
c) Katalis TiO₂

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	TiO ₂ anatase
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn
2014\Januari\Mohammad Yusuf\TiO2 anatase\TiO2 anatase.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/23/2014 4:08:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio

Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	59.9864
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

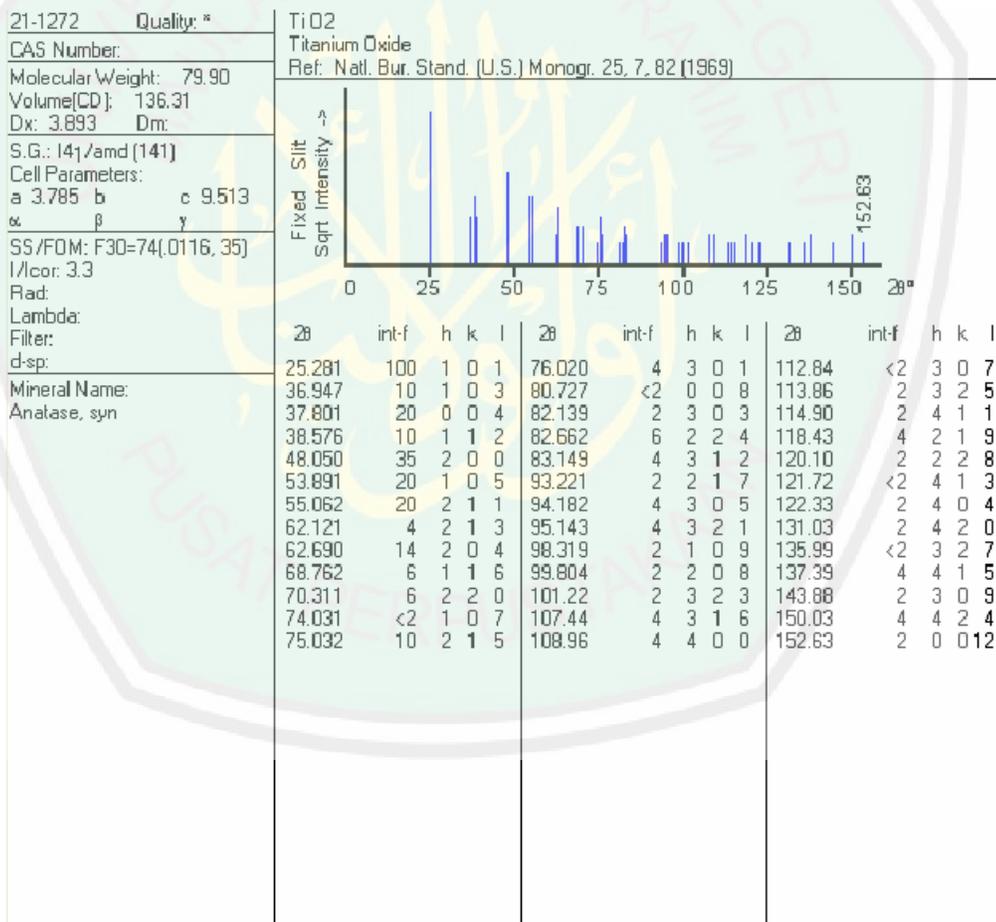
Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: *(Bookmark 3)*

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4449	1357.24	0.1673	3.50062	100.00
37.1056	95.43	0.1171	2.42297	7.03
37.9059	297.80	0.1673	2.37364	21.94
38.7117	94.91	0.2007	2.32606	6.99
48.1712	449.91	0.1171	1.88908	33.15
54.0073	274.55	0.1506	1.69792	20.23
55.1649	254.15	0.1171	1.66500	18.73

d) JCPDS TiO₂ fase anatase



e) Standar Mordenit

MOR

Mordenite

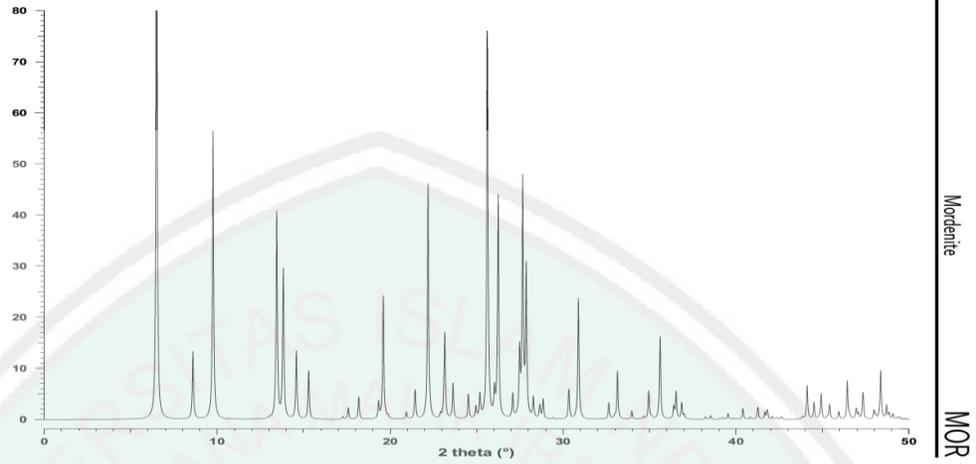
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$
Challis, Idaho, U.S.A.

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{25}] [\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$

CRYSTAL DATA: *Cmcm* (No. 63)
 $a = 18.11 \text{ \AA}$ $b = 20.53 \text{ \AA}$ $c = 7.528 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
X-ray single crystal refinement, $R = 0.07$

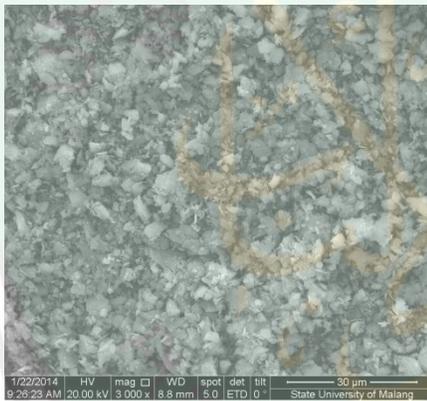
REFERENCE: V. Gramlich,
PhD dissertation, ETH, Zurich, (1971).
And V. Gramlich, Private communication.

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	
1	1	0	6.51	13.581	4	100.0	5	3	1	30.34	2.946	8	0.3	3	7	2	41.81	2.160	8	1.8	
0	2	0	8.61	10.265	2	13.1	2	6	1	30.34	2.946	8	5.5	4	2	3	42.10	2.146	8	0.5	
2	0	0	9.77	9.055	2	56.4	6	2	0	30.88	2.896	4	2.0	6	4	2	42.22	2.140	8	0.2	
2	2	0	13.04	6.791	4	0.3	4	0	2	30.89	2.894	4	12.9	3	9	0	42.36	2.134	4	0.3	
1	1	1	13.45	6.584	8	40.4	3	3	2	30.89	2.894	8	8.8	0	8	2	42.64	2.120	4	0.5	
1	3	0	13.83	6.402	4	29.1	2	4	2	31.08	2.878	8	0.2	2	8	2	43.85	2.064	8	0.5	
0	2	1	14.59	6.071	4	13.3	1	5	2	32.65	2.743	8	3.2	0	10	0	44.11	2.053	2	5.3	
3	1	0	15.30	5.791	4	9.5	5	5	0	32.98	2.716	4	0.6	3	9	1	44.11	2.053	8	0.8	
0	4	0	17.28	5.133	2	0.6	6	2	1	33.15	2.703	8	2.8	5	1	3	44.13	2.052	8	0.6	
2	2	1	17.59	5.042	8	2.3	1	7	1	33.15	2.702	8	6.6	7	3	2	44.51	2.036	8	3.3	
1	3	1	18.19	4.877	8	4.4	3	7	0	33.98	2.638	4	1.6	0	6	3	44.79	2.024	4	0.3	
3	1	1	19.34	4.590	8	3.2	5	1	2	34.65	2.589	8	0.6	4	4	3	44.92	2.018	8	4.9	
4	0	0	19.61	4.528	2	1.4	7	1	0	34.95	2.567	4	0.2	9	1	0	45.28	2.003	4	0.5	
3	3	0	19.61	4.527	4	22.7	0	8	0	34.96	2.566	2	5.4	8	4	1	45.41	1.997	8	2.9	
2	4	0	19.88	4.465	4	0.6	5	5	1	35.12	2.555	8	0.5	5	3	3	45.95	1.975	8	0.8	
0	4	1	20.95	4.241	4	1.4	4	4	2	35.61	2.521	8	0.6	2	6	3	45.95	1.975	8	0.7	
4	2	0	21.45	4.142	4	5.7	3	5	2	35.61	2.521	8	15.5	6	8	0	46.44	1.955	4	7.5	
1	5	0	22.20	4.004	4	46.1	2	8	0	36.39	2.469	4	1.3	5	7	2	46.58	1.950	8	0.6	
3	3	1	22.92	3.880	8	1.0	1	1	3	36.41	2.468	8	1.2	9	1	1	46.95	1.935	8	1.8	
2	4	1	23.16	3.840	8	16.9	6	4	1	36.54	2.459	8	5.3	2	10	1	46.96	1.935	8	0.2	
0	0	2	23.64	3.764	2	6.9	5	3	2	36.86	2.439	8	1.2	9	3	0	47.07	1.930	4	0.9	
4	2	1	24.53	3.629	8	4.5	2	6	2	36.86	2.438	8	1.8	5	9	0	47.08	1.930	4	0.2	
1	1	2	24.54	3.627	8	0.3	0	2	3	36.87	2.438	4	0.2	4	8	2	47.34	1.920	8	5.2	
5	1	0	24.96	3.567	4	2.3	7	1	1	37.00	2.429	8	0.4	6	2	3	47.97	1.896	8	0.6	
1	5	1	25.19	3.535	8	0.3	0	8	1	37.01	2.429	4	0.5	1	7	3	47.98	1.896	8	1.1	
0	2	2	25.20	3.534	4	4.3	7	3	0	37.15	2.420	4	0.1	7	5	2	48.08	1.892	8	0.7	
2	0	2	25.63	3.476	4	75.7	6	0	2	38.22	2.355	4	0.1	0	0	4	48.36	1.882	2	9.4	
0	6	0	26.04	3.422	2	5.0	2	2	3	38.24	2.354	8	0.4	7	7	1	48.45	1.879	8	0.5	
3	5	0	26.25	3.395	4	43.5	1	3	3	38.53	2.336	8	0.7	4	10	0	48.70	1.870	4	0.1	
2	2	2	27.09	3.292	8	4.7	7	3	1	39.10	2.304	8	0.2	5	9	1	48.70	1.870	8	2.5	
1	3	2	27.49	3.245	8	12.6	6	2	2	39.25	2.295	8	0.4	1	1	4	48.85	1.864	8	1.2	
5	1	1	27.67	3.223	8	46.1	5	7	0	39.54	2.279	4	1.1	1	11	0	49.07	1.857	4	0.5	
5	3	0	27.87	3.201	4	28.8	8	0	0	39.82	2.264	2	0.1	3	9	2	49.07	1.856	8	0.5	
2	6	0	27.87	3.201	4	0.1	0	4	3	39.99	2.254	4	0.1	4	6	3	49.33	1.847	8	0.4	
3	1	2	28.28	3.156	8	4.0	4	8	0	40.40	2.233	4	2.2	5	5	3	49.45	1.843	8	0.1	
0	6	1	28.66	3.115	4	2.7	8	2	0	40.82	2.211	4	0.4	2	0	4	49.46	1.843	4	0.3	
4	4	1	28.85	3.095	8	3.3	7	5	0	41.24	2.189	4	0.3	8	6	1	49.79	1.831	8	0.1	
3	5	1	28.85	3.095	8	0.5	2	4	3	41.27	2.188	8	2.2								
0	4	2	29.43	3.035	4	0.2	6	6	1	41.67	2.168	8	1.4								

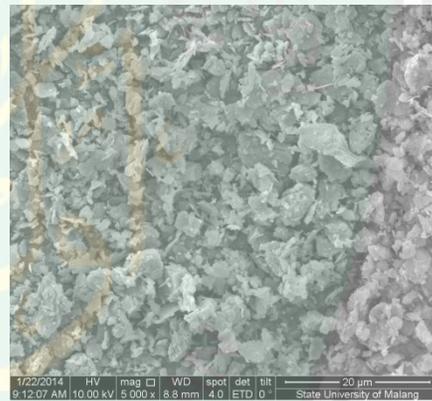


4.2 Karakterisasi SEM-EDAX

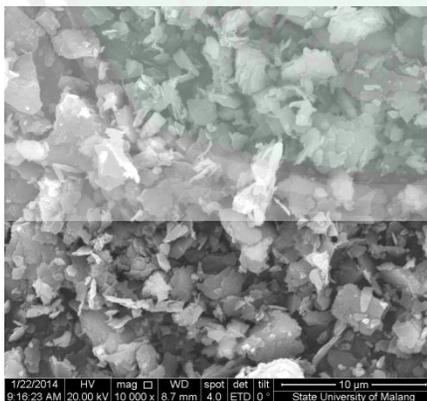
a) SEM



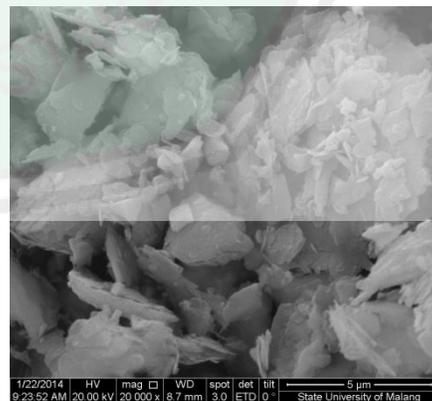
(A)



(B)



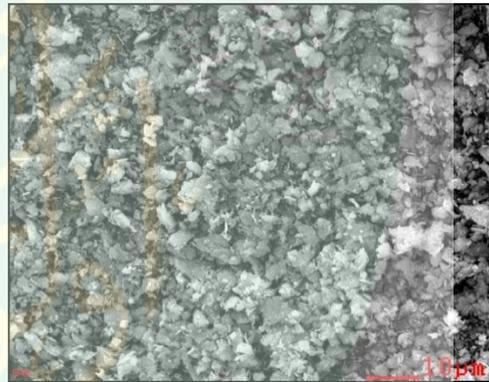
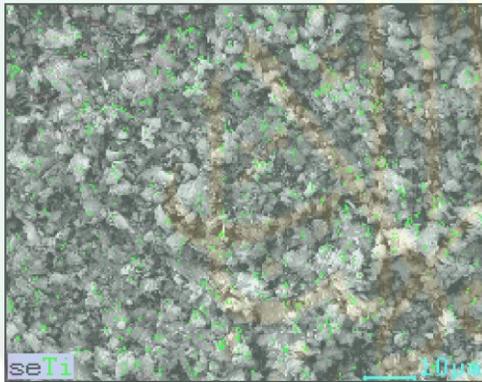
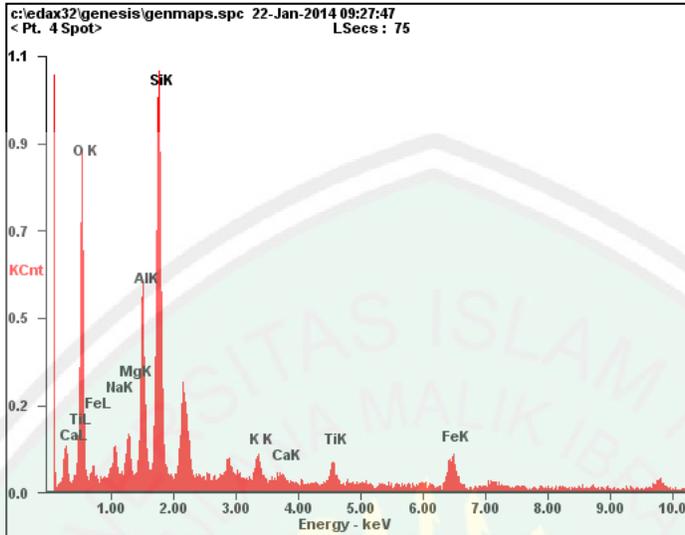
(C)



(D)

Morfologi TiO₂-HZA (a) perbesaran 3000x, (b) perbesaran 5000x, (c) perbesaran 10.000x (d) perbesaran 20.000x

b) EDAX



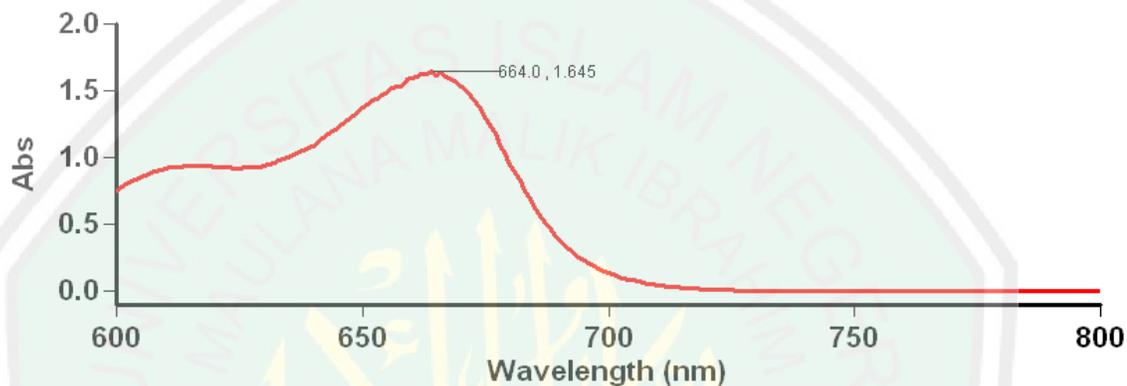
Element	Wt%	At%
OK	43.57	59.48
NaK	03.28	03.12
MgK	02.82	02.54
AlK	11.96	09.68
SiK	24.63	19.15
KK	02.35	01.31
CaK	00.84	00.46
TiK	02.36	01.08
FeK	08.19	03.20
Matrix	Correction	ZAF

4.3 Karakterisasi Luas Permukaan adsorpsi *Methylen blue* dengan UV-Vis

a) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{\max})

Panjang Gelombang Maksimum *Methylen Blue*

Tanggal Analisa : 28 Januari 2014



Scan Analysis Report

Report Time : Tue 28 Jan 08:44:28 PM 2014

Method:

Batch: D:\Mohammad Yusuf\Lamda Maksimum Methylene Blue (28-01-2014).DSW

Software version: 3.00 (339)

Operator: Rika

Sample Name: Methylene Blue

Collection Time 1/28/2014 8:46:05 PM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

800.0nm to 600.0nm

Wavelength (nm)	Abs
665.9	1.633
664.0	1.645
614.0	0.937

b) Penentuan Waktu Kestabilan (Waktu Operasional)

Absorbansi Waktu Kestabilan *Methylen Blue*

Tanggal Analisa : 28 Januari 2014

Advanced Reads Report

Report time 1/28/2014 8:52:03 PM
 Method
 Batch name D:\Mohammad Yusuf\Absorbansi Waktu Kestabilan
 Methylene Blue 8 ppm (28-01-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0899)	664.0

Analysis

Collection time 1/28/2014 8:52:03 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					3.1566
		2.8649	0.2625	9.16	2.6476 2.7905
20 menit					2.7716
		2.7114	0.1071	3.95	2.7748 2.5877
30 menit					2.8217
		2.6596	0.1751	6.58	2.4739 2.6830
40 menit					2.1268
		2.1174	0.0201	0.95	2.0943 2.1311
50 menit					2.3526
		2.5032	0.2080	8.31	2.4166 2.7405
60 menit					2.5195
		2.5776	0.0546	2.12	2.6277 2.5855
70 menit					3.1643
		2.7415	0.3818	13.93	2.4219 2.6382
80 menit					2.7580
		2.7286	0.0356	1.31	2.7388 2.6889

90 menit 2.4418
 2.5290 0.0822 3.25 2.5401
 2.6051

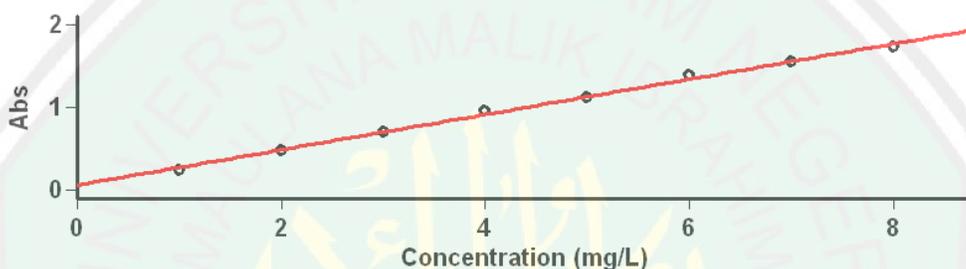
Results Flags Legend

R = Repeat reading

c) Penentuan Kurva Baku

Kurva Standar Metylen Blue

Tanggal Analisa : 28 Januari 2014



Concentration Analysis Report

Report time 1/29/2014 2:34:02 AM
 Method
 Batch name D:\Mohammad Yusuf\Kurva Standar Methylene Blue-ulang (28-01-2014).BCN
 Application Concentration 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Standard/Sample averaging OFF
 Weight and volume corrections OFF
 Fit type Linear
 Min R² 0.95000
 Concentration units mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1029)	664.0

Calibration

Collection time 1/29/2014 2:34:54 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	1.0		0.2452	0.0010	0.43	0.2464
						0.2445
						0.2447
Std 2	2.0		0.4793	0.0016	0.34	0.4808
						0.4795
						0.4776
Std 3	3.0		0.7089	0.0010	0.14	0.7093
						0.7078
						0.7096
Std 4	4.0		0.9542	0.0072	0.75	0.9487
						0.9516
						0.9624
Std 5	5.0		1.1184	0.0033	0.30	1.1149
						1.1186
						1.1216
Std 6	6.0		1.3828	0.0183	1.32	1.3734
						1.3712
						1.4039
Std 7	7.0		1.5530	0.0062	0.40	1.5474
						1.5596
						1.5519
Std 8	8.0		1.7320	0.0032	0.18	1.7291
						1.7354
						1.7313

Calibration eqn Abs = 0.21383*Conc +0.05948
 Correlation Coefficient 0.99705
 Calibration time 1/29/2014 2:40:21 AM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated O = Overage
 N = Not used in calibration R = Repeat reading

d) Penentuan Luas Permukaan

Absorbansi MB-Kesetimbangan Adsorpsi ZA

Tanggal Analisa : 03 Februari 2014

Advanced Reads Report

Report time 2/3/2014 8:54:24 PM
 Method
 Batch name D:\Mohammad Yusuf\Absorbansi MB Kesetimbangan
 Adsorpsi ZA (03-02-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0909)	664.0

Analysis

Collection time 2/3/2014 8:54:24 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.2435
					0.2429
		0.2436	0.0008	0.32	0.2444
20 menit					0.2084
					0.2085
		0.2088	0.0007	0.32	0.2096
30 menit					0.2223
					0.2232
		0.2218	0.0017	0.75	0.2200
40 menit					0.2175
					0.2188
		0.2181	0.0006	0.29	0.2180
50 menit					0.1970
					0.1984
		0.1983	0.0013	0.64	0.1995
60 menit					0.1566
					0.1569
		0.1570	0.0005	0.30	0.1575
70 menit					0.1389
					0.1379
		0.1378	0.0011	0.81	0.1366

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Kesetimbangan Adsorpsi H-ZA

Tanggal Analisa : 05 Februari 2014

Advanced Reads Report

Report time 2/6/2014 12:48:44 AM
 Method
 Batch name D:\Mohammad Yusuf\Absorbansi MB Kesetimbangan Adsorpsi H-ZA (05-02-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF
 Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0855)	664.0

Analysis

Collection time	2/6/2014 12:48:44 AM				
Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.1527 0.1535 0.1540
	0.1534		0.0006	0.41	
20 menit					0.1371 0.1388 0.1382
	0.1380		0.0008	0.61	
30 menit					0.1283 0.1307 0.1372
	0.1321		0.0046	3.49	
40 menit					0.1867 0.1839 0.1847
	0.1851		0.0014	0.76	
50 menit					0.1775 0.1769 0.1765
	0.1770		0.0005	0.28	
60 menit					0.1335 0.1331 0.1330
	0.1332		0.0003	0.20	
70 menit					0.1229 0.1227 0.1221
	0.1226		0.0004	0.32	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Kesetimbangan Adsorpsi TiO₂-HZA

Tanggal Analisa : 07 Februari 2014

Advanced Reads Report

Report time 2/7/2014 8:38:22 PM
 Method
 Batch name D:\Mohammad Yusuf\Absorbansi MB Kesetimbangan Adsorpsi TiO₂-HZA M. Yusuf (07-02-2014)
 Application Advanced Reads 3.00(339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF
 Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0882)	664.0

Analysis

Collection time	2/7/2014 8:38:22 PM				Readings
Sample	F	Mean	SD	%RSD	
10 menit					0.1046 0.1047 0.1032
		0.1042	0.0008	0.78	
20 menit					0.1025 0.1037 0.1047
		0.1036	0.0011	1.05	
30 menit					0.1055 0.1042 0.1046
		0.1048	0.0007	0.67	
40 menit					0.1062 0.1059 0.1067
		0.1063	0.0004	0.39	
50 menit					0.1033 0.1043 0.1032
		0.1036	0.0006	0.60	
60 menit					0.0860 0.0855 0.0865
		0.0860	0.0005	0.57	
70 menit					0.0885 0.0890 0.0885
		0.0887	0.0003	0.32	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB-Kesetimbangan Adsorpsi TiO₂

Tanggal Analisa : 03 Februari 2014

Advanced Reads Report

Report time 2/4/2014 12:56:48 AM
 Method
 Batch name D:\Mohammad Yusuf\Absorbansi MB Kesetimbangan Adsorpsi TiO₂ (03-02-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF
 Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0870)	664.0

Analysis

Collection time	2/4/2014 12:56:48 AM				
Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					0.6474 0.6496 0.6453
		0.6475	0.0021	0.33	
20 menit					0.7180 0.7109 0.7125
		0.7138	0.0037	0.52	
30 menit					0.7336 0.7374 0.7351
		0.7354	0.0019	0.26	
40 menit					0.5003 0.5045 0.5022
		0.5023	0.0021	0.42	
50 menit					0.7173 0.7130 0.7204
		0.7169	0.0037	0.51	
60 menit					0.4578 0.4582 0.4596
		0.4585	0.0009	0.20	
70 menit					0.4803 0.4810 0.4798
		0.4804	0.0006	0.13	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

4.4 Karakterisasi HPLC

a) Standar Glukosa

Area % Report

Page 1 of 1

Data File: D:\DATA ANALISA HPLC\KOLOM AMINEX HPX 87 C\periode baru\sampel UIN\glukosa 1%-2.dat
 Method: C:\Chromgate\Enterprise\Projects\Default\Method\2014\aminex HPX 87 C\Analisa gula.met
 Acquired: 18/02/2014 9:14:21
 Printed: 18/02/2014 11:21:35



Detector S2300

Results

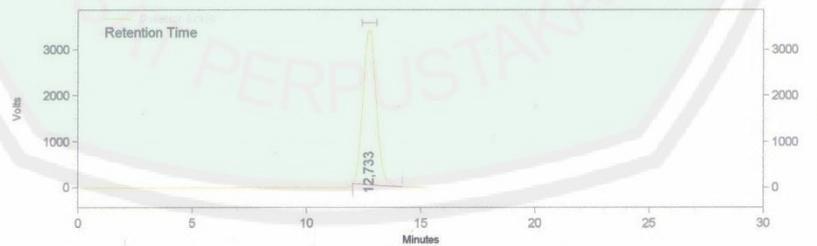
Retention Time	Area	Area %	Height	Height %
9,267	144956856	100,00	2979036	100,00
Totals	144956856	100,00	2979036	100,00

b) Standar Fruktosa

Area % Report

Page 1 of 1

Data File: D:\DATA ANALISA HPLC\KOLOM AMINEX HPX 87 C\periode baru\sampel UIN\fruktosa 1%-2.dat
 Method: C:\Chromgate\Enterprise\Projects\Default\Method\2014\aminex HPX 87 C\Analisa gula.met
 Acquired: 18/02/2014 9:53:19
 Printed: 18/02/2014 11:18:27

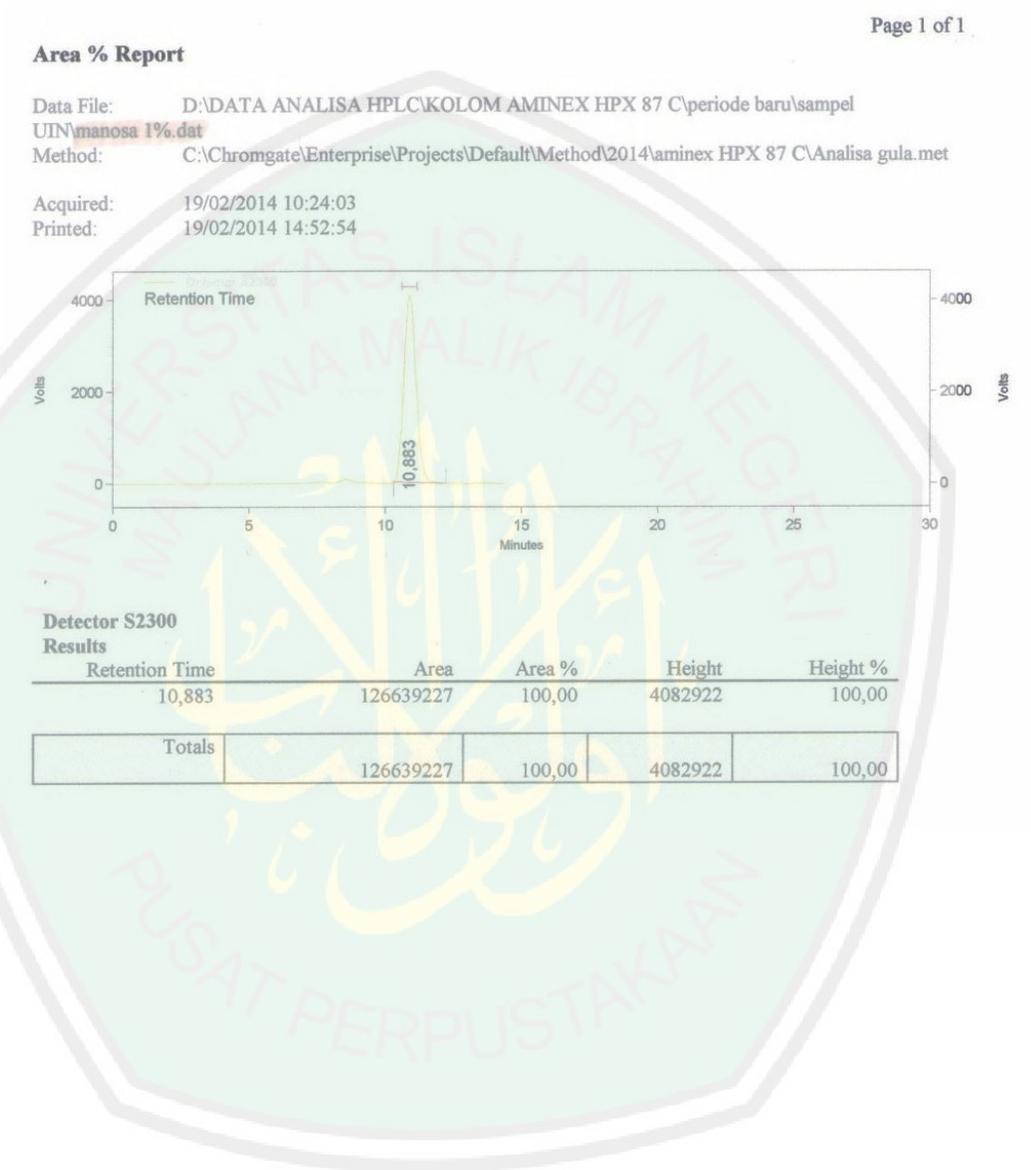


Detector S2300

Results

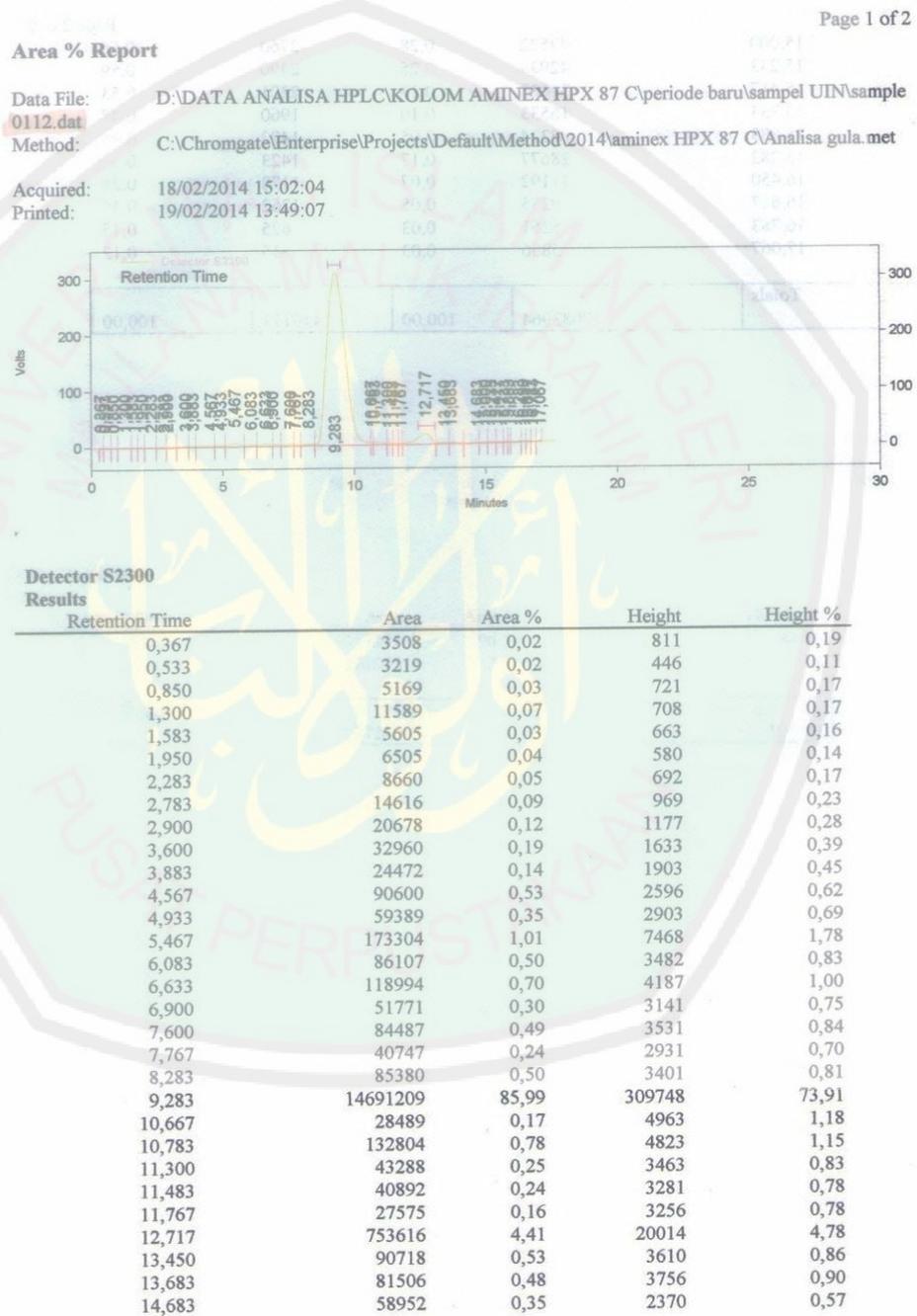
Retention Time	Area	Area %	Height	Height %
12,733	136049132	100,00	3369212	100,00
Totals	136049132	100,00	3369212	100,00

c) Standar Manosa



d) Sampel

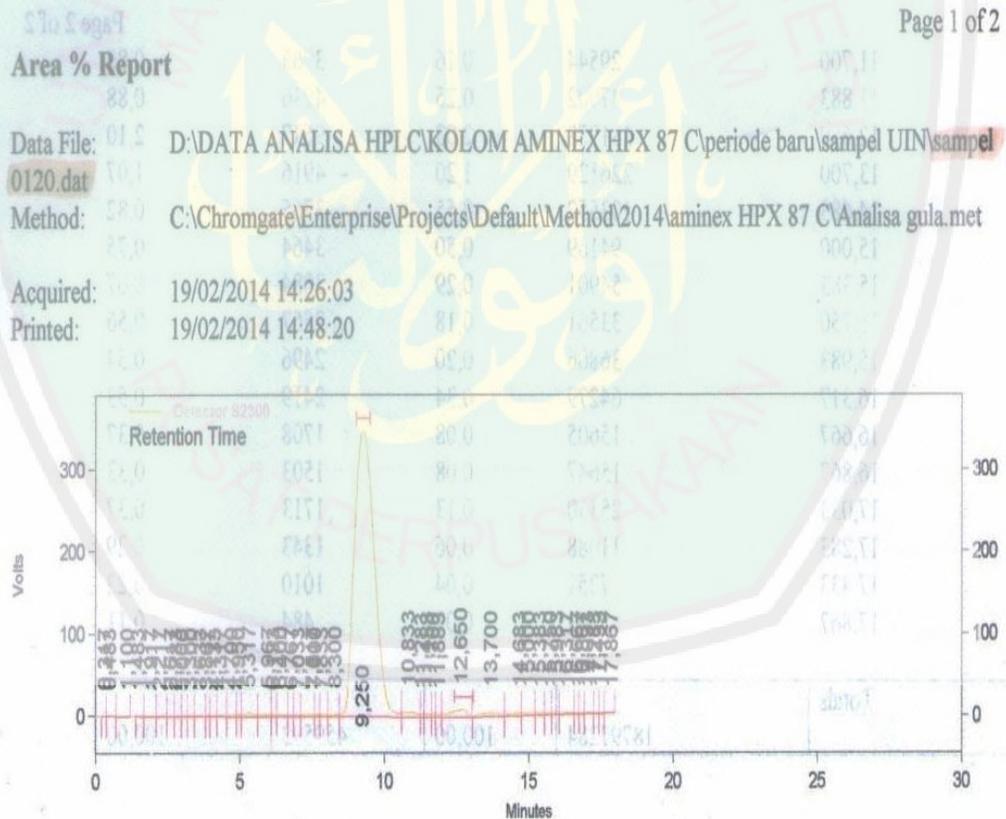
➤ Sampel kode 0112 (H-ZA, 130 °C, 4 jam)



Page 2 of 2

15,000	47522	0,28	2760	0,66
15,233	42933	0,25	2490	0,59
15,417	31632	0,19	2201	0,53
15,733	16533	0,10	1960	0,47
15,883	8324	0,05	1472	0,35
16,283	28677	0,17	1423	0,34
16,450	11192	0,07	1178	0,28
16,617	9235	0,05	1262	0,30
16,783	5251	0,03	625	0,15
17,067	5856	0,03	515	0,12
Totals	17083964	100,00	419113	100,00

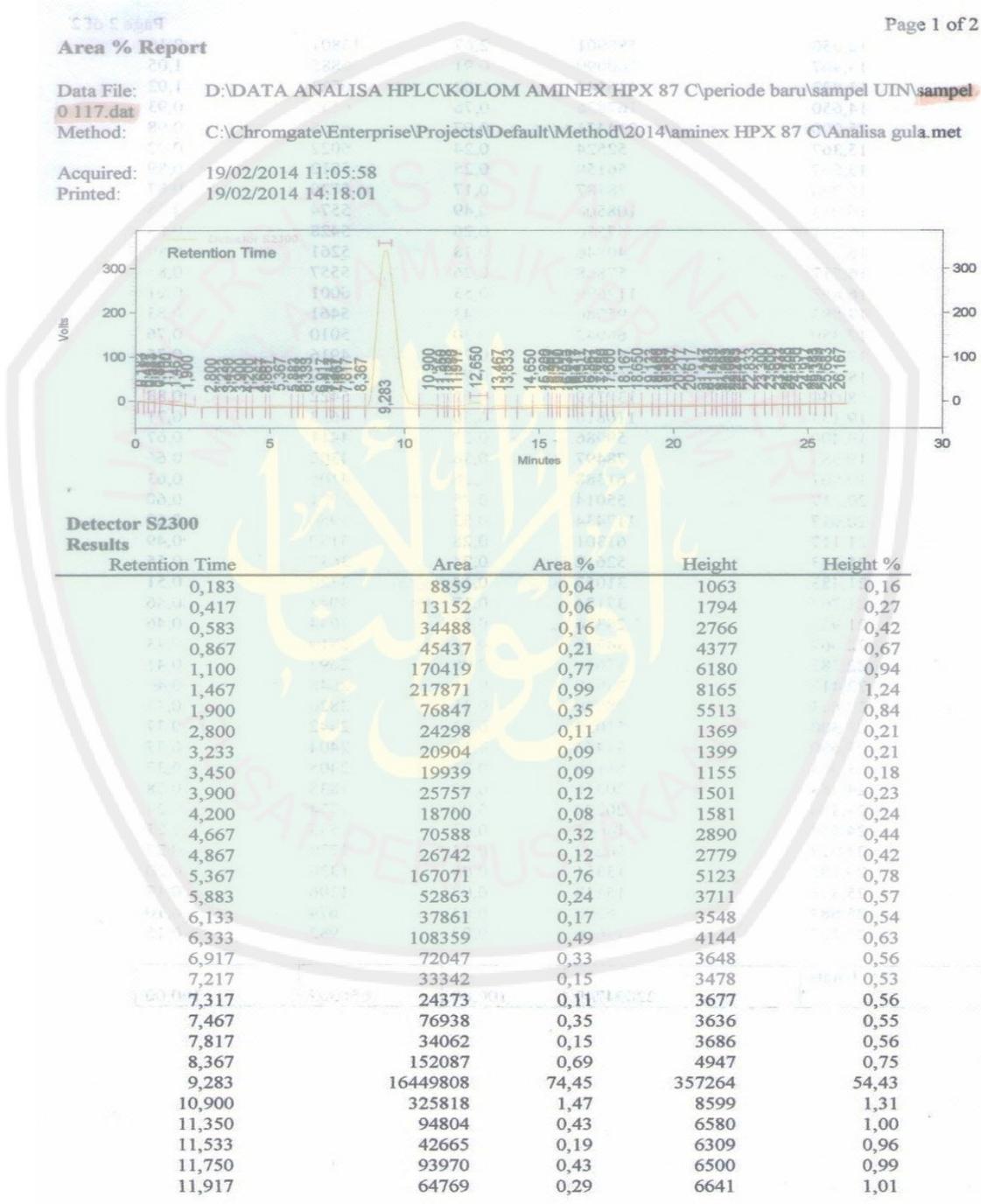
➤ Sampel kode 120 (TiO₂, 130 °C, 4 jam)



**Detector S2300
Results**

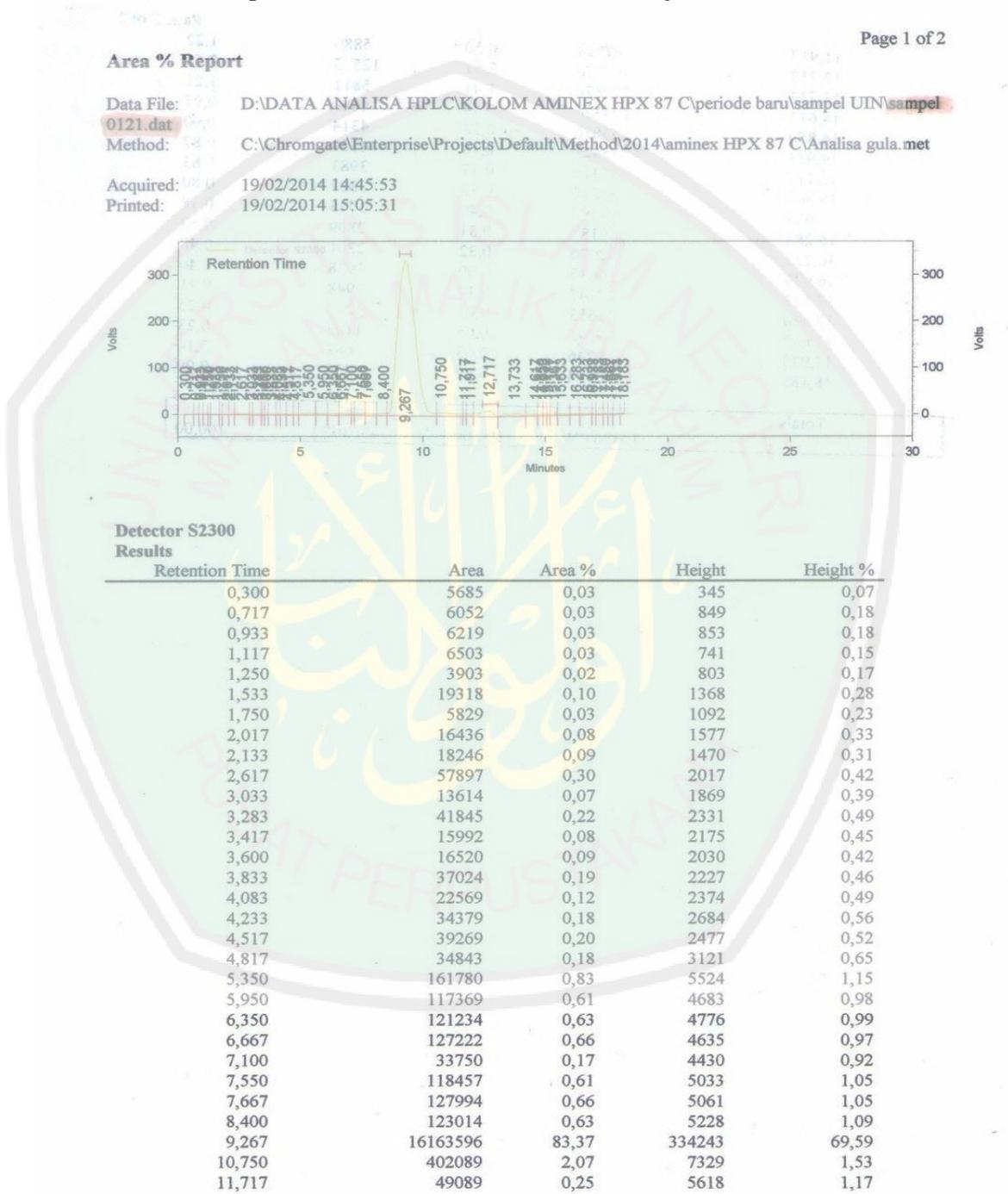
Retention Time	Area	Area %	Height	Height %
0,317	3604	0,02	614	0,13
0,483	6859	0,04	633	0,14
1,100	12275	0,07	724	0,16
1,483	3275	0,02	506	0,11
1,917	14571	0,08	998	0,22
2,217	16657	0,09	1068	0,23
2,617	9833	0,05	856	0,19
2,783	8835	0,05	741	0,16
3,000	6888	0,04	710	0,15
3,300	9095	0,05	821	0,18
3,633	21833	0,12	1327	0,29
3,867	10207	0,05	1406	0,31
4,133	18063	0,10	1452	0,32
4,317	28783	0,15	1762	0,38
4,700	36054	0,19	1990	0,43
4,950	20468	0,11	2319	0,50
5,317	99208	0,53	4839	1,05
5,967	71394	0,38	3163	0,69
6,133	27855	0,15	2667	0,58
6,400	57414	0,31	2945	0,64
6,767	24757	0,13	2262	0,49
7,033	28883	0,15	2292	0,50
7,517	75432	0,40	2945	0,64
7,600	29872	0,16	2856	0,62
7,833	41127	0,22	2699	0,59
8,300	64832	0,34	3244	0,71
9,250	16596753	88,29	348669	75,86
10,833	207616	1,10	6215	1,35
11,283	28560	0,15	4255	0,93
11,483	63296	0,34	4496	0,98
11,700	29544	0,16	3963	0,86
11,883	47902	0,25	4036	0,88
12,650	381978	2,03	9647	2,10
13,700	226129	1,20	4916	1,07
14,683	103552	0,55	3765	0,82
15,000	94169	0,50	3464	0,75
15,383	54901	0,29	3084	0,67
15,750	33561	0,18	2567	0,56
15,983	36806	0,20	2496	0,54
16,317	64279	0,34	2419	0,53
16,667	15605	0,08	1708	0,37
16,867	15647	0,08	1503	0,33
17,033	25330	0,13	1713	0,37
17,283	11088	0,06	1343	0,29
17,433	7251	0,04	1010	0,22
17,867	5243	0,03	484	0,11
Totals	18797284	100,00	459592	100,00

➤ Sampel kode 0117 (TiO₂-HZA, 120 °C, 4 jam)



12,650	588901	2,67	13801	2,10
13,467	200099	0,91	6885	1,05
13,833	136144	0,62	6723	1,02
14,650	167836	0,76	6135	0,93
15,200	214471	0,97	6465	0,98
15,367	52524	0,24	6022	0,92
15,567	56158	0,25	5812	0,89
15,700	38387	0,17	5720	0,87
16,033	108506	0,49	5574	0,85
16,217	57550	0,26	5428	0,83
16,317	40346	0,18	5261	0,80
16,517	57868	0,26	5557	0,85
16,867	117699	0,53	6001	0,91
17,083	95986	0,43	5461	0,83
17,350	66942	0,30	5010	0,76
17,600	64172	0,29	4916	0,75
18,167	169115	0,77	5319	0,81
18,650	137739	0,62	5422	0,83
19,133	110816	0,50	4653	0,71
19,400	59986	0,27	4411	0,67
19,583	78497	0,36	4302	0,66
19,867	61388	0,28	4106	0,63
20,217	55014	0,25	3921	0,60
20,617	117434	0,53	3950	0,60
21,117	61301	0,28	3189	0,49
21,283	52612	0,24	3637	0,55
21,483	31053	0,14	3320	0,51
21,767	37124	0,17	3047	0,46
21,933	28336	0,13	3044	0,46
22,067	34768	0,16	2819	0,43
22,283	17638	0,08	2692	0,41
22,417	23948	0,11	2648	0,40
22,833	78070	0,35	2826	0,43
23,300	51033	0,23	2442	0,37
23,600	33453	0,15	2404	0,37
23,933	51108	0,23	2405	0,37
24,183	20316	0,09	1838	0,28
24,300	20294	0,09	1774	0,27
24,550	14665	0,07	1533	0,23
24,917	30227	0,14	1779	0,27
25,183	13351	0,06	1330	0,20
25,333	15118	0,07	1106	0,17
25,683	6302	0,03	674	0,10
26,167	15616	0,07	982	0,15
Totals	22094749	100,00	656367	100,00

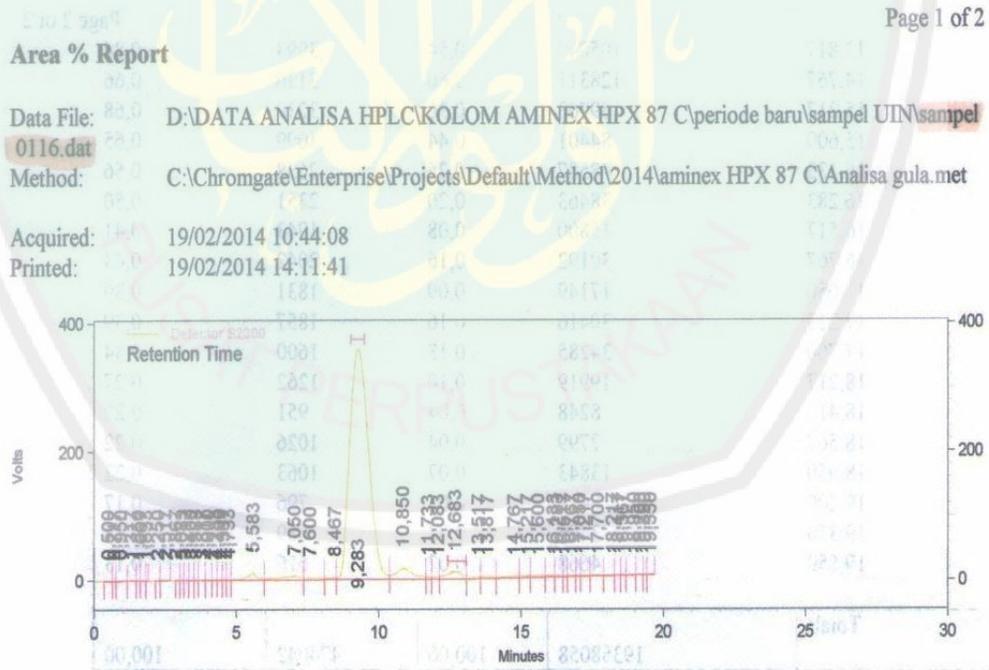
➤ Sampel kode 0121 (TiO₂-HZA, 130 °C, 3 jam)



Page 2 of 2

11,917	97077	0,50	5880	1,22
12,717	487276	2,51	12535	2,61
13,733	272876	1,41	5811	1,21
14,617	104326	0,54	4643	0,97
14,850	53636	0,28	4314	0,90
14,933	35421	0,18	4180	0,87
15,117	33316	0,17	3983	0,83
15,367	63237	0,33	3827	0,80
15,633	94197	0,49	3745	0,78
16,283	60187	0,31	2809	0,58
16,733	62070	0,32	2301	0,48
16,933	16635	0,09	1938	0,40
17,183	27147	0,14	1948	0,41
17,450	11653	0,06	1207	0,25
17,667	9243	0,05	1103	0,23
17,933	9246	0,05	682	0,14
18,183	3094	0,02	436	0,09
Totals	19388374	100,00	480305	100,00

➤ Sampel kode 0116 (TiO₂-HZA, 130 °C, 4 jam)



**Detector S2300
Results**

Retention Time	Area	Area %	Height	Height %
0,500	7032	0,04	742	0,16
0,717	4208	0,02	647	0,14
0,950	9483	0,05	753	0,16
1,317	11356	0,06	898	0,19
1,550	3639	0,02	734	0,15
1,667	2440	0,01	342	0,07
1,833	647	0,00	308	0,06
2,250	3620	0,02	638	0,13
2,517	4805	0,02	476	0,10
2,867	1873	0,01	271	0,06
3,083	3101	0,02	527	0,11
3,217	4744	0,02	687	0,14
3,400	5304	0,03	681	0,14
3,583	4991	0,03	797	0,17
3,817	8933	0,05	910	0,19
4,000	10426	0,05	986	0,21
4,283	9697	0,05	974	0,21
4,400	11417	0,06	1356	0,29
4,567	10572	0,05	1303	0,27
4,733	11706	0,06	1319	0,28
5,583	265729	1,37	11100	2,34
7,050	324870	1,68	6131	1,29
7,600	121487	0,63	3429	0,72
8,467	72817	0,38	3489	0,74
9,283	16403485	84,74	358076	75,54
10,850	754576	3,90	17242	3,64
11,733	49000	0,25	4361	0,92
12,083	68139	0,35	4922	1,04
12,683	428438	2,21	11959	2,52
13,517	70723	0,37	3861	0,81

Page 2 of 2

13,817	105049	0,54	3993	0,84
14,767	128311	0,66	3136	0,66
15,217	69763	0,36	3230	0,68
15,600	84401	0,44	3099	0,65
16,133	48587	0,25	2638	0,56
16,283	38463	0,20	2351	0,50
16,517	15800	0,08	1943	0,41
16,767	30192	0,16	2042	0,43
17,050	17149	0,09	1831	0,39
17,217	30416	0,16	1857	0,39
17,700	34285	0,18	1600	0,34
18,217	19919	0,10	1262	0,27
18,417	8248	0,04	951	0,20
18,567	7799	0,04	1026	0,22
18,950	13843	0,07	1063	0,22
19,200	8411	0,04	796	0,17
19,350	3496	0,02	689	0,15
19,550	4668	0,02	616	0,13

Totals	Area	Area %	Height	Height %
	19358058	100,00	474042	100,00

Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian

5.1 Preparasi Sampel



Gambar 1. Zeolit alam setelah di hancurkan



Gambar 2. Pengayakan zeolit



Gambar 3. Perendaman dan Pengadukan zeolit dengan aquades



Gambar 4. Penyaringan zeolit

5.2 Aktivasi Zeolit



Gambar 5. Aktivasi zeolit dengan amonium nitrat



Gambar 6. Penyaringan zeolit dari amonium nitrat



Gambar 7. Pengukuran pH netral dengan indikator universal



Gambar 8. Hasil zeolit aktivasi setelah pengeringan



Gambar 9. Pengukuran pH netral dengan pH meter

5.3 Modifikasi Zeolit



Gambar 10. Serbuk TiO_2



Gambar 11. Perendaman dengan larutan TiO_2



Gambar 12. Zeolit dicampur dengan TiO_2 dalam botol hidrotermal



Gambar 13. Hasil zeolit setelah perlakuan hidrotermal



Gambar 14. TiO_2 -HZA sebelum kalsinasi



Gambar 15. TiO_2 -HZA setelah kalsinasi

5.4 Karakterisasi

5.4.1 Penentuan keasaman adsorpsi amoniak



Gambar 16. Analisis keasaman adsorpsi amoniak pada H-ZA



Gambar 17. Analisis keasaman adsorpsi amoniak pada TiO_2 -HZA

5.4.2 Penentuan luas permukaan adsorpsi *methylen blue*



Gambar 18. Larutan *methylen blue* 8 ppm pengukuran λ maks dan penentuan waktu kestabilan



Gambar 19. Larutan *methylen blue* 1-8 ppm



Gambar 20. UV-Vis



Gambar 21. Pengocokan dengan *shaker*



Gambar 22. Katalis ZA setelah disentrifugase



Gambar 23. Katalis H-ZA setelah disentrifugase



Gambar 24. Katalis $\text{TiO}_2\text{-ZA}$ setelah disentrifugase



Gambar 25. Katalis TiO_2 setelah disentrifugase

5.5 Isomerisasi Glukosa



Gambar 26. Penimbangan glukosa



Gambar 27. Proses isomerisasi



Gambar 28. Hasil isomerisasi katalis H-ZA



Gambar 29. Hasil isomerisasi katalis $\text{TiO}_2\text{-HZA}$



Gambar 30. Hasil isomerisasi katalis TiO_2



Gambar 31. Polarimeter model D7



Gambar 32. Sentrifugase

5.6 Analisis Konversi (Selektivitas fruktosa) dengan HPLC



Gambar 33. Preparasi sampel untuk analisis HPLC



Gambar 34. Instrumen HPLC



Gambar 35. Tempat kolom



Gambar 36. Tempat injeksi sampel

