



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**STUDI REAKSI HIDROLISIS GLUKOSA UNTUK  
MENGHASILKAN SENYAWA ASAM LEVULINAT  
MENGUNAKAN KATALIS HOMOGEN DAN KATALIS  
HETEROGEN ASAM**

**SKRIPSI**

**diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains**

**TANTI MARYANA FENIDA**

**0606069363**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**DEPOK**

**JULI 2010**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**STUDI REAKSI HIDROLISIS GLUKOSA UNTUK  
MENGHASILKAN SENYAWA ASAM LEVULINAT  
MENGUNAKAN KATALIS HOMOGEN DAN KATALIS  
HETEROGEN ASAM**

**SKRIPSI**

**TANTI MARYANA FENIDA**

**0606069363**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**DEPOK**

**JULI 2010**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya penulis sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah penulis nyatakan dengan benar.

Nama : Tanti Maryana Fenida

NPM : 0606069363

Tanda Tangan : ...

Tanggal : ...

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Tanti Maryana Fenida  
NPM : 0606069363  
Program Studi : S1 Reguler Kimia  
Judul Skripsi : Studi Reaksi Hidrolisis Glukosa untuk  
Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat  
Menggunakan Katalis Homogen dan Katalis  
Heterogen Asam

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr.rer.nat. Widayanti Wibowo ( )  
Pembimbing : Prof.Dr.Soleh Kosela,M.Sc. ( )  
Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si ( )  
Penguji : Dr.Yuni Krisyuningsih K. ( )  
Penguji : Dr. Emil Budianto ( )

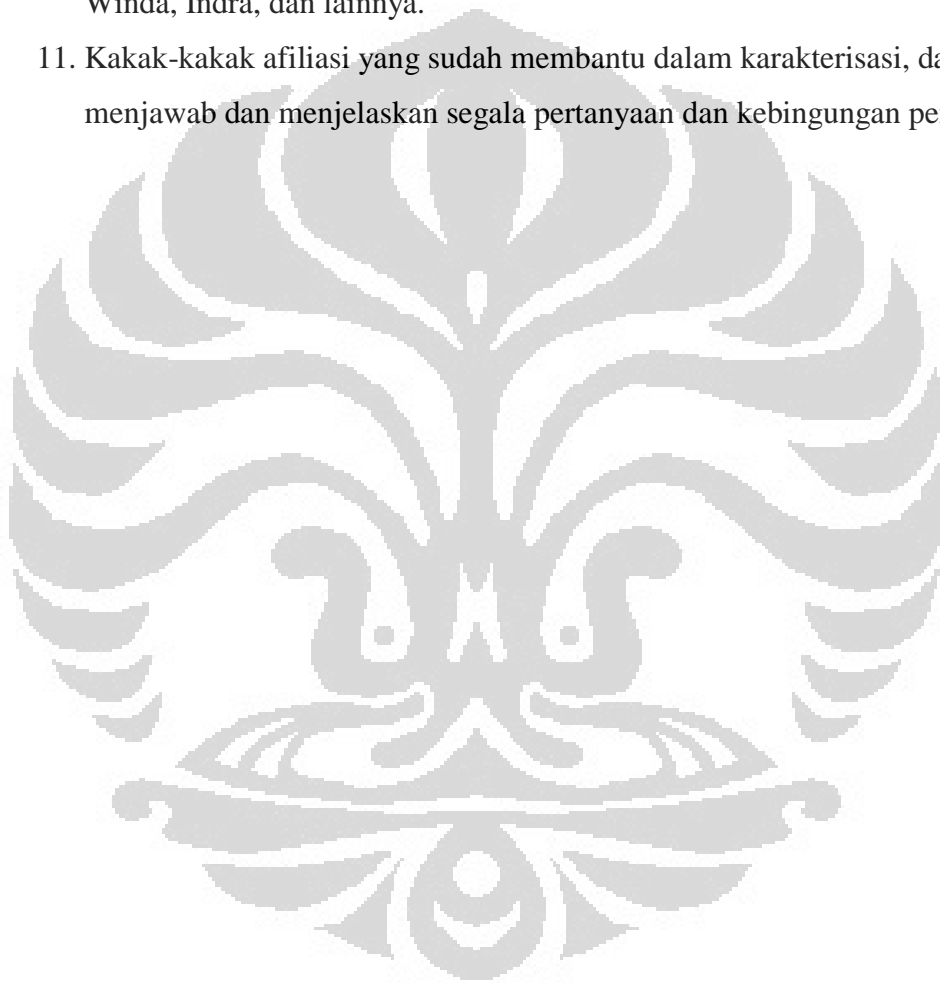
Ditetapkan di : .....  
Tanggal : .....

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yesus Kristus karena atas penyertaan-Nya skripsi ini dapat terselesaikan tepat dengan baik. Banyak sekali pihak-pihak yang sudah Ia izinkan untuk membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis tidak lupa untuk mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua dan adik-adik tercinta yang sudah memberikan doa yang tulus, dan tiada berhenti menyemangati penulis untuk bias menyelesaikan pendidikan sarjana di Departemen Kimia FMIPA UI.
2. Dr.rer.nat.Widayanti Wibowo selaku pembimbing I yang banyak memberi masukan kepada penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi selama 6 bulan ini.
3. Prof.Dr.Soleh Kosela,M.Sc. selaku pembimbing II yang telah memberikan waktunya untuk membimbing penulis sampai tahap akhir penyelesaian skripsi ini.
4. Dr. Ir. Buana Girisuta selaku Kepala Jurusan Teknik Kimia Universitas Katolik Parahyangan, Bandung yang sudah baik sekali memberikan kesempatan kepada penulis untuk dapat melakukan penelitian di Bandung sehingga penulis dapat mencapai tujuan penelitian ini.
5. Bpk. Drs. Sultan Badjri M.Si selaku pembimbing akademis yang senantiasa memberikan bimbingan akademis kepada penulis selama menjalankan pendidikan di Departemen Kimia FMIPA UI.
6. Bpk. Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI, Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian, dan seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang tidak hanya memberikan begitu banyak ilmu yang bermanfaat, tetapi juga telah menjadi sumber inspirasi yang berarti bagi penulis.
7. Samuel Lumban Gaol yang banyak sekali membantu penulis dari penulisan proposal hingga penyelesaian skripsi dan selalu memberikan semangat bagi penulis.

8. Veranita vidia betarenata yang sudah bersedia memberikan tempat untuk penulis selama penelitian di Bandung.
9. Sara Ayu Sekarini, Riyanti Adinata, Tantri K., Raima S.N, Ka Any, dan Ka Vira yang selalu memberI semangat kepada penulis untuk tidak boleh putus asa dan malas dalam mengerjakan penelitian dan skripsi.
10. Teman-teman penelitian lantai 3, Ka'Golda, Ka'Iren, Kharisma Amalia, Kartika P.N, Trijan Riana, Wisnu M., Mbak'Siska, Feni T.Z., Faiza M., Winda, Indra, dan lainnya.
11. Kakak-kakak afiliasi yang sudah membantu dalam karakterisasi, dalam menjawab dan menjelaskan segala pertanyaan dan kebingungan penulis.



Penulis

2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, penulis yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Tanti Maryana Fenida  
NPM : 0606069363  
Program Studi : S1 Reguler  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah penulis yang berjudul :

**Studi Reaksi Hidrolisis Glukosa Untuk Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat Menggunakan Katalis Homogen dan Katalis Heterogen Asam**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir penulis selama tetap mencantumkan nama penulis sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini penulis buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : .....  
Pada tanggal : .....  
Yang menyatakan

( ..... )

## ABSTRAK

Nama : Tanti Maryana Fenida  
Program Studi : Kimia  
Judul : Studi Reaksi Hidrolisis Glukosa untuk Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat Menggunakan Katalis Homogen dan Katalis Heterogen Asam

Sumber daya alam banyak sekali digunakan dalam sintesis senyawa organik. Keterbatasan sumber daya alam yang tersedia menyebabkan pemakaian sumber daya alam beralih ke sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Biomassa adalah sumber daya terbaharui yang dapat dihidrolisis untuk menghasilkan senyawa organik bernilai tinggi seperti asam levulinat. Hidrolisis biomassa pertama-tama akan menghasilkan antara lain glukosa yang selanjutnya terhidrolisis menghasilkan senyawa asam levulinat dan asam format. Pada penelitian ini dilakukan hidrolisis glukosa dengan katalis homogen ( $H_2SO_4$ ), katalis heterogen ( $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$ ), dan tanpa katalis sebagai pembanding. Katalis heterogen yang digunakan disintesis dari *scrap* aluminium kemudian dikarakterisasi dengan XRD, XRF, BET, dan FT-IR. Reaksi hidrolisis dilakukan pada suhu 140 °C dengan variasi waktu yaitu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam untuk reaksi dengan katalis homogen; 4 jam, 6 jam, dan 8 jam untuk reaksi dengan katalis heterogen dan reaksi tanpa katalis. Hasil hidrolisis dianalisis dengan HPLC. Dari hasil penelitian ini didapatkan asam levulinat pada reaksi hidrolisis 6 jam dengan katalis homogen sebanyak 2,93% . Untuk produk reaksi katalisis dengan  $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$  hanya dapat ditentukan banyaknya asam format yang terbentuk, sedangkan asam levulinat tidak terdeteksi karena teradsorpsi pada padatan katalis.

Kata Kunci : hidrolisis, glukosa, katalis homogen, katalis heterogen, asam levulinat, persen konversi

xiii+ 98 halaman; 27 gambar.; 17 tabel; 11 lampiran

Daftar Pustaka : 30 (1967-2009)



## ABSTRACT

Name : Tanti Maryana Fenida  
Program Study : Chemistry  
Title : Study on Hydrolysis Reaction of Glucose to Produce Levulinic Acid Using Homogeneous and Heterogeneous Acid Catalysts

A lot of natural resources are used in the synthesis of organic compounds. Since the availabilities of some natural resources are limited, they are now replaced by the renewable resources. Renewable natural resources such as biomass can be hydrolyzed to produce high added-value organic compounds. At first, biomass is hydrolyzed to produce glucose and then is further hydrolyzed to produce levulinic acid and formic acid. In this research, the hydrolysis of glucose was conducted using sulfuric acid as homogeneous catalyst and  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  as heterogeneous catalyst. As a comparison, the hydrolysis reaction was also conducted without catalyst. The  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  catalyst was first synthesized from aluminium scraps and was characterized by XRD, XRF, BET, and FT-IR. The hydrolysis reactions were carried out at a temperature of 140 °C and the reaction periods were varied 2 hours, 4 hours, and 6 hours for the homogeneous catalytic; 4 hours, 6 hours, and 8 hours for the heterogeneous catalytic reaction and the reaction without catalyst. The hydrolysis products were analyzed by HPLC. From the result of this study, 2,93% levulinic acid was produced after 6 hours in the hydrolysis reaction with sulfuric acid. By using heterogeneous catalyst only formic acid can be detected because of adsorption levulinic acid on the catalyst.

Key Words : hydrolysis, glucose, homogenous catalyst, heterogeneous catalyst, levulinic acid, percent conversion  
xiii+ 98 pages; 27 pictures.; 17 tables; 11 attachments  
Bibliography : 30 (1967-2009)

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
<b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Hipotesis.....	3
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
2.1 Katalis .....	4
2.2 Katalis Heterogen.....	6
2.3 Jenis Katalis Heterogen .....	7
2.3.1 Katalis Padatan Asam .....	7
2.3.2 Katalis Padatan Basa.....	8
2.3.3 Katalis Padatan Asam-Basa .....	8
2.4 Alumina.....	8
2.5 Gamma Alumina .....	9
2.5.1 Pembuatan Gamma Alumina .....	10
2.6 Hidrolisis .....	11
2.7 Glukosa .....	11
2.8 Asam Sulfat.....	12
2.9 Asam Levulinat .....	13
2.10 Asam Format.....	13
2.11 Hidroksimetilfurfural .....	14
2.12 Humin.....	15
2.13 Karakterisasi.....	15
2.13.1 Karakterisasi Katalis .....	15
2.13.2 Karakterisasi Asam Levulinat .....	21
<b>BAB 3 METODE PENELITIAN.....</b>	<b>24</b>
3.1 Alat dan Bahan .....	24
3.1.1 Alat.....	24
3.1.2 Bahan.....	26
3.2 Cara Kerja .....	26
3.2.1 Pembuatan Katalis Gamma Alumina Tersulfat.....	26
3.2.2 Reaksi Hidrolisis Glukosa .....	27
3.2.3 Pembuatan Larutan Standar .....	28
3.2.3.1 Larutan Standar Glukosa.....	28

3.2.3.2	Larutan Standar Asam Levulinat.....	28
3.2.3.3	Larutan Standar Asam Format .....	29
3.2.4	Konversi Glukosa, Rendemen Asam Format, dan Asam levulinat.....	29
<b>BAB 4 PEMBAHASAN .....</b>		<b>30</b>
4.1	Pembuatan Katalis Padatan Asam ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) .....	30
4.2	Karakterisasi Katalis .....	34
4.2.1	Analisis Difraksi Sinar-X (XRD).....	35
4.2.2	Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF).....	38
4.2.3	Analisis BET .....	40
4.2.4	Analisis FT-IR .....	41
4.3	Reaksi Hidrolisis Glukosa.....	42
4.3.1	Reaksi Hidrolisis Glukosa dengan Katalis Homogen .....	43
4.3.2	Reaksi Hidrolisis Glukosa dengan Katalis Heterogen.....	49
4.3.3	Reaksi Hidrolisis Glukosa Tanpa Katalis.....	51
4.4	Mekanisme Reaksi .....	55
<b>BAB 5 KESIMPULAN .....</b>		<b>58</b>
5.1	Kesimpulan.....	58
5.2	Saran.....	58
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>59</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>62</b>

## DAFTAR GAMBAR

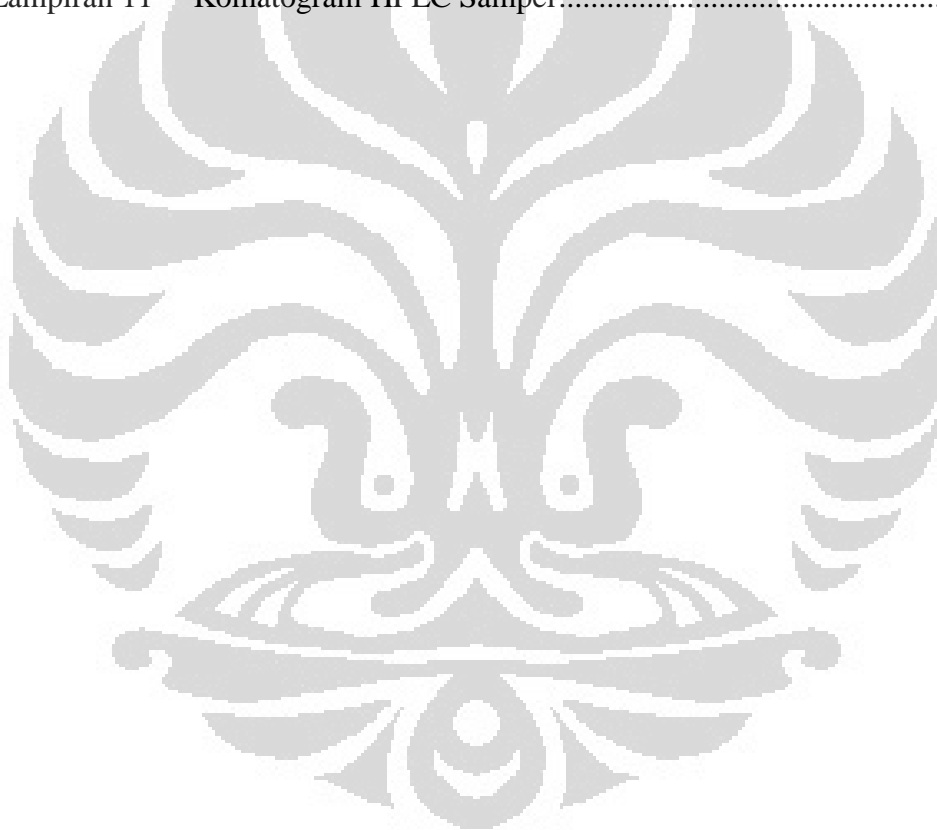
Gambar 2.1	Kurva Hubungan Antara Katalis dengan Energi Aktivasi .....	6
Gambar 2.2	Skema Reaksi Katalitik di Dalam Rongga Katalis .....	7
Gambar 2.3	Skema Pembuatan Alumina .....	10
Gambar 2.4	Struktur Asam Levulinat .....	13
Gambar 2.5	Struktur Asam Format .....	14
Gambar 2.6	Struktur Hidroksimetilfurfural .....	14
Gambar 2.7	Prinsip Kerja XRD .....	16
Gambar 2.8	Difraksi Sinar-X Pada Suatu Kristal .....	16
Gambar 2.9	Proses Terbentuknya Sinar-X Karakteristik .....	18
Gambar 4.1	<i>Scrap</i> Aluminium .....	30
Gambar 4.2	Sol Al(OH) <sub>3</sub> .....	31
Gambar 4.3	Proses Aging .....	32
Gambar 4.4	Skema Sisi Asam Lewis dan Asam Bronsted Pada Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> .....	33
Gambar 4.5	Difraktogram XRD Boehmit .....	35
Gambar 4.6	Difraktogram XRD $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> .....	37
Gambar 4.7	Spektrum FT-IR Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> .....	41
Gambar 4.8	Grafik Persen Konversi dengan Waktu Reaksi .....	43
Gambar 4.9	Grafik Luas Area HMF dengan Waktu Reaksi .....	44
Gambar 4.10	Grafik Luas Area Asam Format dengan Waktu Reaksi .....	45
Gambar 4.11	Grafik Berat Humin dengan Waktu Reaksi .....	48
Gambar 4.12	Persen Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi .....	49
Gambar 4.13	Perbandingan Persen Konversi Glukosa Reaksi Tanpa Katalis dengan Reaksi Katalis Heterogen .....	52
Gambar 4.14	Perbandingan Luas Area HMF Pada Reaksi Katalis Heterogen dan Reaksi Tanpa Katalis .....	53
Gambar 4.15	Grafik Perbandingan Banyaknya Humin Hasil Reaksi Katalis Heterogen dan Tanpa Katalis .....	53
Gambar 4.16	Grafik Perbandingan Rendemen Asam Format Antara Reaksi Katalis Heterogen dengan Reaksi Tanpa Katalis .....	54
Gambar 4.17	Gambar Humin Hasil Reaksi Katalis Homogen, Katalis Heterogen, dan Tanpa Katalis .....	55
Gambar 4.18	Reaksi Konversi Glukosa Menjadi Asam Levulinat .....	57

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Perbandingan Sudut Difraksi Antara Boehmit Standar dengan Boehmit Hasil Sintesis.....	36
Tabel 4.2	Data Difraksi Sintesis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> Terhadap Standar [ $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ] dan [Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ] .....	37
Tabel 4.3	Data XRF Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> .....	39
Tabel 4.4	Data Hasil Analisis BET Katalis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> .....	40
Tabel 4.5	Persen Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi.....	44
Tabel 4.6	Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Luas Area HMF .....	44
Tabel 4.7	Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Persen Rendemen Asam Format ....	46
Tabel 4.8	Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Persen Rendemen Asam Levulinat .	47
Tabel 4.9	Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Berat Humin .....	47
Tabel 4.10	Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi .....	49
Tabel 4.11	Luas Area HMF dengan Waktu Reaksi .....	50
Tabel 4.12	Luas Area Asam Format dengan Waktu Reaksi.....	50
Tabel 4.13	Berat Humin dengan Waktu Reaksi.....	50
Tabel 4.14	Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi .....	52
Tabel 4.15	Luas Area HMF dengan Waktu Reaksi .....	52
Tabel 4.16	Berat Humin dengan Waktu Reaksi.....	53
Tabel 4.17	Rendemen Asam Format dengan Waktu Reaksi .....	54

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Bagan Kerja Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ .....	62
Lampiran 2	Proses Reaksi Hidrolisis Glukosa.....	63
Lampiran 3	Reaktor yang Digunakan Dalam Reaksi.....	64
Lampiran 4	Data XRD Standar .....	65
Lampiran 5	Instrumen HPLC yang Digunakan .....	69
Lampiran 6	Data Hasil XRF Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ .....	70
Lampiran 7	Data Hasil BET $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ .....	72
Lampiran 8	Kromatogram HPLC Standar Glukosa.....	73
Lampiran 9	Kromatogram HPLC Standar Asam Levulinat.....	77
Lampiran 10	Kromatogram HPLC Standar Asam Fomat.....	82
Lampiran 11	Komatogram HPLC Sampel.....	88



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Saat ini, sintesis senyawa organik dari bahan alam telah diaplikasikan pada skala industri dengan sangat luas, namun masih terbatas pada sumber-sumber alam yang tersedia. Adanya keterbatasan pada sumber daya alam menimbulkan suatu pemikiran untuk lebih memanfaatkan sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Dengan adanya kemajuan teknologi, penggunaan bahan alam yang tidak dapat diperbaharui telah dicoba diganti dengan bahan alam yang dapat diperbaharui.

Biomassa sebagai sumber daya alam yang terbaharui sangat melimpah di Indonesia. Ketersediaan biomassa ini dapat digunakan sebagai bahan alam untuk sintesis senyawa organik. Salah satu bagian biomassa yang dapat dimanfaatkan adalah selulosa. Selulosa yang terhidrolisis dapat dijadikan sebagai bahan dasar untuk sintesis suatu senyawa organik. Salah satu bagian hidrolisis selulosa adalah glukosa. Glukosa yang dihasilkan dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan suatu senyawa organik seperti asam levulinat (Timokhin, B.V, et.al., 1999).

Asam levulinat ( $C_5H_8O_3$ ) atau asam gammaketoverat, merupakan rantai asam lemak pendek yang memiliki gugus keton dan gugus karboksilat. Asam levulinat merupakan suatu bahan kimia yang memiliki beberapa potensi dalam penggunaannya, seperti membuat celupan tekstil, antibeku, pelapis material, pelarut, dan sebagai resin.(Chun Chang, et.al., 2006). Banyak metode yang dapat digunakan untuk menghasilkan asam levulinat, dan kebanyakan yang digunakan secara luas adalah dehidrasi biomassa atau karbohidrat dengan asam.

Walaupun asam levulinat sudah dikenal sejak 1870-an, asam levulinat tidak pernah diproduksi mencapai komersial yang signifikan. Salah satu alasan untuk perkembangannya yang kecil adalah kecilnya yield dari asam levulinat.

Asam levulinat merupakan salah satu bahan organik yang ramah lingkungan. Bahan dasar pembuatan asam levulinat tergolong mudah didapatkan dan reaksi pembuatannya juga termasuk mudah dilakukan. Asam levulinat memiliki banyak manfaat sehingga mampu meningkatkan ekonomi pada skala transformasi bahan organik.

Asam levulinat diperoleh melalui reaksi hidrolisis glukosa dengan menggunakan asam sulfat. Reaksi ini terjadi dalam dua tahap, yaitu dehidrasi glukosa menjadi hidrosimetilfurfural sebagai intermediet dalam reaksi, kemudian hidrolisis hidrosimetilfurfural menjadi asam levulinat. Dalam penelitian ini digunakan bahan dasar larutan glukosa dengan katalis homogen asam sulfat dan katalis heterogen yaitu katalis padatan gamma alumina tersulfat.

Dalam pembuatan asam levulinat biasanya digunakan katalis homogen karena konversi glukosa yang dihasilkan besar, tetapi menjadi masalah pada pemisahannya, karena fasa katalis dan reaktannya sama. Untuk mengatasi masalah itu, maka digunakan katalis heterogen.

$\gamma$ -alumina merupakan salah satu katalis heterogen yang dapat digunakan dalam reaksi hidrolisis, karena strukturnya yang kuat dan tahan terhadap suhu tinggi. Katalis ini dapat ditingkatkan aktivitasnya dengan cara menambahkan suatu zat seperti  $H_2SO_4$  untuk meningkatkan keasaman katalis yang kemudian disebut katalis padatan asam  $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$ . Dengan menggunakan katalis padatan asam  $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$  diharapkan mampu mengkonversi glukosa menjadi asam levulinat dengan hasil konversi yang besar pula.

## 1.2 Perumusan Masalah

Reaksi hidrolisis glukosa pada umumnya dilakukan dengan bantuan katalis homogen seperti asam sulfat ( $H_2SO_4$ ). Asam sulfat memiliki sifat keasaman yang kuat dan dalam konsentrasi tertentu diyakini dapat digunakan dalam reaksi hidrolisis. Oleh karena itu,  $H_2SO_4$  dipercaya dapat bersifat sebagai katalis dalam proses hidrolisis glukosa. Pada penelitian ini akan dilakukan perbandingan hasil reaksi hidrolisis glukosa dengan menggunakan katalis homogen dan katalis heterogen.



Katalis  $\gamma$ -alumina dapat menjadi salah satu katalis heterogen yang dapat digunakan dalam reaksi hidrolisis, karena memiliki sifat asam dan basa. Katalis ini dapat ditingkatkan aktivitasnya dengan cara menambahkan suatu materi seperti  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sehingga keasaman katalis bertambah. Berdasarkan hal tersebut di atas maka pada penelitian ini akan digunakan katalis padatan asam gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) untuk reaksi hidrolisis glukosa menjadi senyawa yang bermanfaat seperti asam levulinat dan asam format.

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain:

1. Mensintesis dan mengkarakterisasi katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$
2. Mengetahui hasil hidrolisis glukosa dengan katalis homogen ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
3. Mengetahui pengaruh katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  terhadap reaksi hidrolisis glukosa
4. Melakukan perbandingan hasil reaksi hidrolisis glukosa menggunakan katalis homogen  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan katalis heterogen padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ .

### 1.4 Hipotesis

Glukosa yang merupakan karbohidrat yang termasuk golongan monosakarida dapat dihidrolisis untuk menghasilkan produk seperti asam levulinat dan asam format yang memiliki nilai dan manfaat di bidang industri kimia. Katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan katalis padatan asam gamma alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) diharapkan mampu mengkonversi glukosa menjadi senyawa asam levulinat dan asam format.

## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### 2.1 Katalis

Katalis adalah suatu zat atau senyawa yang dapat mempercepat suatu reaksi untuk mencapai suatu kesetimbangan. Katalis terlibat dalam proses reaksi, namun dihasilkan kembali pada akhir reaksi tanpa bergabung dengan senyawa produk reaksi. Proses reaksi menggunakan katalis disebut reaksi katalisis. Umumnya katalis memiliki ciri-ciri seperti berikut: (Anton A. Kiss, Alexandre C. Dimian, dan Gadi Rothenberg, 2006)

1. Komposisi dan struktur kimianya tidak berubah
2. Menyediakan jalan reaksi dengan energi aktivasi yang lebih rendah
3. Bersifat aktif dan selektif
4. Hanya dibutuhkan dalam jumlah yang sedikit

Katalis dapat dibedakan sebagai katalis homogen, katalis heterogen dan katalis enzim (Al-Abadleh, A. Hind, V. H. Grassian, 2003). Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan reaktan, interaksi yang biasanya terjadi adalah interaksi cair-cair, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang bekerja pada fasa yang berbeda dengan reaktan, interaksi yang biasanya terjadi adalah interaksi padat-gas atau padat-cair (berada dalam fasa yang berbeda). Keuntungan katalis heterogen adalah kemudahan dalam pemisahan antara katalis dan produk yang terbentuk, sedangkan katalis enzim merupakan molekul protein dengan ukuran koloid, memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan heterogen.

Katalis tersusun dari komponen-komponen yang menunjang sifat dan fungsi katalis yang diharapkan. Komponen-komponen tersebut meliputi: (Wibowo, Widayanti, 2004).

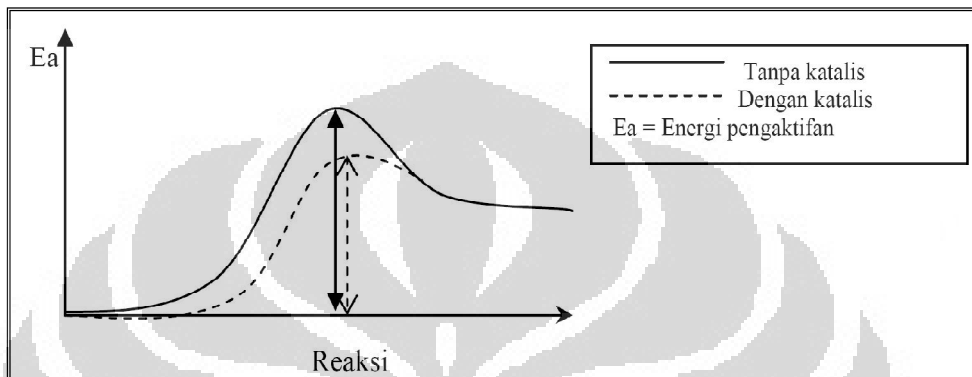
1. Sisi aktif merupakan bagian terpenting yang mempunyai fungsi utama, di mana reaktan terikat dan mengkonversi reaktan secara selektif menjadi produk yang diinginkan. Katalis bersifat reaktif dan selektif artinya katalis dapat mempromosikan pembentukan produk-produk reaksi yang dikehendaki.
2. Penyangga: komponen ini ditambahkan dalam preparasi katalis yang merupakan tempat terdistribusinya sisi aktif katalis. Fungsi dari penyangga adalah menaikkan luas permukaan katalis, menghasilkan kekuatan mekanik suatu bahan katalis yang mudah rapuh dan menstabilkan struktur aktif katalis.
3. Promotor atau pendukung: komponen ini ditambahkan dalam jumlah yang relatif sedikit pada saat preparasi katalis yang berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis seperti aktifitas, stabilitas, selektivitas, dan efektivitas katalis.

Katalis ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk menurunkan energi aktivasi ( $E_a$ ), sehingga pereaksi mudah membentuk kompleks teraktifkan untuk menghasilkan intermediet reaktif yang membentuk produk. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk (Atkins, P.W., 1997).

Sifat katalis ideal yang diharapkan dalam suatu reaksi adalah aktif, selektif, stabil, dan ekonomis. Aktif berarti dapat mempercepat pembentukan intermediet yang terbentuk akibat interaksi antar reaktan. Selektif dapat diartikan mampu memperbanyak hasil atau produk utama yang diinginkan dan memperkecil hasil samping dari suatu reaksi katalisis. Stabil berarti katalis tidak berubah sifat fisika dan kimianya setelah reaksi katalisis berakhir. Ekonomis mengandung makna bahwa katalis digunakan dalam jumlah yang sedikit untuk mengurangi biaya reaksi katalisis, tetapi hasil produk lebih baik daripada reaksi tanpa katalis.

Suatu katalis dikatakan efektif dalam meningkatkan kecepatan suatu reaksi, karena katalis mampu membuat mekanisme alternatif, di mana tiap tahapan memiliki energi aktivasi lebih rendah daripada reaksi tanpa ada katalis.

Selain itu, katalis juga mampu memperbesar kemungkinan terjadinya tumbukan efektif antara molekul reaktan. Katalis hanya mampu mempengaruhi faktor kinetik reaksi seperti kecepatan reaksi, energi aktivasi, dan keadaan intermediet (Al-Abadleh, A. Hind, V. H. Grassian, 2003). Hubungan antara katalis dengan energi aktivasi diperlihatkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Kurva Hubungan Antara Katalis dengan Energi Aktivasi

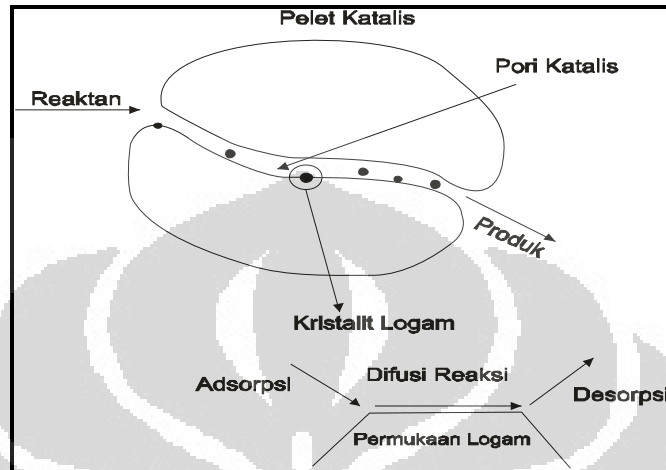
## 2.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang berada dalam fasa yang berbeda dengan reaktan, biasanya katalis heterogen berupa padatan dan interaksinya terjadi pada permukaan padat-gas atau padat-cair. (<http://www.dielselset.com>). Katalis heterogen merupakan katalis yang sering dipergunakan dalam proses produksi pada industri, hal ini dikarenakan pada keunggulannya yakni mudah dipisahkan dengan produk yang dihasilkan.

Keuntungan menggunakan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen yaitu: (Tanabe, K., et al., 1981.)

- a. Aktivitas dan selektivitas katalis tinggi
- b. Katalis tidak mengkorosi kolom reaksi
- c. Dapat digunakan secara berulang setelah diregenerasi

- d. Antara katalis dan produk mudah dipisahkan karena berbeda fase
- e. Pembuangan katalis yang telah terpakai tidak menimbulkan pencemaran



Gambar 2.2 Skema Reaksi Katalitik di Dalam Rongga Katalis

## 2.3 Jenis Katalis Heterogen

### 2.3.1 Katalis Padatan Asam (Anton A. Kiss., et.al., 2007)

Katalis asam padat dikategorikan sebagai asam Bronsted atau Lewis, dimana kekuatan dan jumlah sisi asam ditentukan oleh sifat-sifat dari material pendukungnya. katalis asam padat yang ideal adalah memiliki pori-pori yang besar, sehingga dapat memperkecil masalah difusi molekul yang memiliki rantai alkil yang panjang, memiliki sisi asam kuat dengan konsentrasi sedang sampai tinggi, dan memiliki permukaan hidrofobik. Katalis asam padat dengan permukaan yang hidrofobik lebih disukai karena menghindari molekul air pada permukaan katalis asam padat yang menyebabkan tidak teradsorpsinya material organik pada permukaan katalis.

### 2.3.2 Katalis Padatan Basa (Di Serio, Martino, et.al., 2007)

Katalis basa biasanya dapat terbuat dari oksida logam. Menurut teori basa Lewis, metoksida logam alkali lebih bersifat basa daripada oksidanya dan lebih basa dari hidroksidanya. Contohnya:  $\text{Ca}(\text{OH})_2 < \text{CaO} < \text{Ca}(\text{CH}_3\text{O})_2$ , yaitu urutan reaktifitas berdasarkan teori Basa Lewis. Sifat basa yang paling kuat (superbasa) akan mendukung reaksi transesterifikasi pada suhu yang rendah.

### 2.3.3 Katalis Padatan Asam-Basa

Katalis ini memiliki sifat amfoter, yaitu memiliki sifat asam dan basa. Contoh katalis ini adalah gamma alumina. Sifat kebasaaan dan keasamaan gamma alumina dapat diatur dengan mereaksikannya dengan zat lain untuk menambah sifat asam maupun basa.

## 2.4 Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Istilah alumina muncul pada saat ditemukan sejumlah mineral yang terdapat pada batuan. Mineral-mineral tersebut ialah korundum,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; diaspore,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ; gibbsite (hidrargillite),  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , boehmite,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ; bayerite,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dan nordstrandite,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .

Penelitian lebih lanjut mengenai bentuk terhidrat,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , menunjukkan bahwa mineral tersebut dapat dikategorikan sebagai aluminium hidroksida. Sifat fisik dan kimia dari aluminium hidroksida yang berbeda telah berperan dalam proses pembuatan dan pengembangan industri alumina.

Sedangkan bentuk anhidrat,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau aluminium oksida ialah bentuk yang kemudian dikenal sebagai alumina. Alumina sendiri merupakan bentuk oksida aluminium yang mempunyai sifat relatif stabil pada suhu tinggi, mudah dibentuk, kuat secara fisik, hantaran listriknya rendah, dan mempunyai struktur

pori. Karakteristik ini menyebabkan alumina digunakan sebagai adsorben, katalis, refraktori, amplas, keramik, dan dalam bidang industri kimia lain (Santos, P. Souza, et.al., 2000). Selain dipakai sebagai katalis, alumina juga dipakai sebagai zat padat pendukung. Zat padat pendukung dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas permukaan fase aktif katalis, dengan terjadinya dispersi pada permukaan pendukungnya. Luas permukaan padatan katalis yang sangat besar, sangat diperlukan dalam reaksi katalitik. Reaksi katalitik yang berlangsung pada permukaan mengalami peningkatan sebanding dengan luas permukaan katalis.

Berdasarkan strukturnya, alumina dikelompokkan menjadi dua jenis: (Santos, P. Souza, et.al., 2000)

1. Alumina stabil atau  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , mempunyai struktur korondum. Dalam industri, jenis ini dihasilkan dari pemanasan bayerit, boehmit, atau diasporit pada suhu di atas  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ , sifatnya stabil, meleleh pada suhu tinggi ( $2100\text{ }^\circ\text{C}$ ), keras, kuat, inert terhadap zat kimia, sehingga kerap kali digunakan sebagai bahan keramik dan bahan tahan api.
2. Alumina transisi, disebut juga alumina aktif. Fase alumina ini dapat diubah menjadi fase  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  dengan pemanasan lebih lanjut.

Pada dasarnya alumina bersifat amfoter, karena mengandung sisi asam dan basa dengan kekuatan yang berbeda. Tergantung dari cara pembuatannya, sehingga sifat adsorpsinya pun berbeda-beda. Sisi-sisi permukaan ini dihasilkan dari dehidroksilasinya permukaan alumina hidroksida pada suhu tinggi (Tanabe, K., et.al., 1981).

## 2.5 Gamma Alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ )

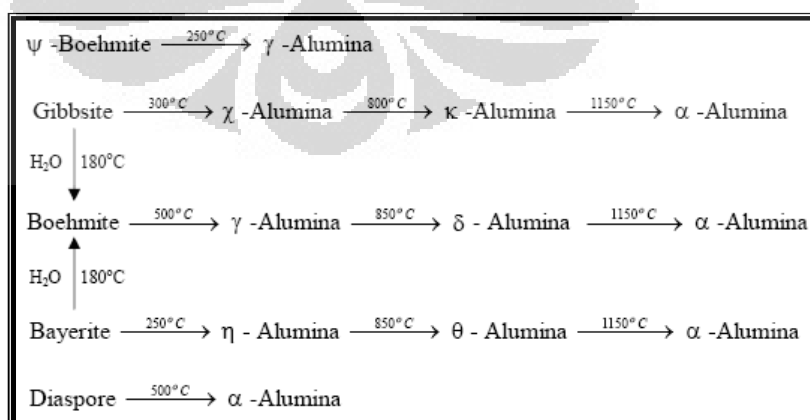
Alumina transisi yang paling terkenal kegunaannya sebagai katalis adalah  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dan  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$  (Sohlberg, Karl, et al., 2001). Gamma alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. Biasanya digunakan sebagai katalis dan adsorben karena mempunyai luas permukaan yang besar ( $150\text{-}300\text{ m}^2/\text{g}$ ), volume pori ( $0,5\text{-}1\text{ cm}^3/\text{g}$ ) dan diameter pori meso ( $3\text{-}12$

nm), stabil dalam proses katalisis, serta memiliki luas permukaan dan pori-pori yang lebih besar dari  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Katalis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  merupakan alumina transisi karena berada dalam tingkat transisi struktur alumina hidroksi dan  $\alpha$ -alumina stabil yang diproduksi melalui kalsinasi pada suhu tinggi.  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  merupakan padatan metastabil, dapat dibentuk melalui pemanasan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  pada suhu 500-800 °C. Pemanasan menyebabkan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar.

### 2.5.1 Pembuatan Gamma Alumina ( $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Secara umum proses pembuatan alumina ialah melalui proses pemurnian bijih bauksit, batuan dengan kandungan mineral aluminium hidroksida yang besar. Proses pemurnian dengan cara menghilangkan oksida besi, titanium, silika, untuk menghasilkan produk alumina dengan kemurnian 99,9% ini, dikenal dengan proses Bayer (Maczura, G., K.P. Goodboy, J.J. Koenig, 1978).

Tahap antara dari pemurnian bauksit ini adalah proses pengendapan dari aluminium hidroksida. Aluminium hidroksida ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) kemudian dikenal sebagai titik awal dari produksi berbagai bentuk alumina. Kelarutan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  pada pH yang berbeda menyebabkan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  larut dalam asam kuat maupun basa kuat. Pada kondisi pH tertentu pengendapan aluminium hidroksida akan menghasilkan sol dan berubah menjadi gel. Pada kalsinasi suhu 500-800 °C dapat dihasilkan  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Santos, P. Souza, et.al., 2000.).



Gambar 2.3 Skema pembuatan alumina (Satterfield, C. N. 1991.)



Pembuatan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dapat dilakukan dari larutan garam yang mengandung ion  $\text{Al}^{3+}$  seperti aluminium sulfat. Penambahan basa akan meningkatkan pH larutan dan menyebabkan terbentuk endapan  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan rentang pH tertentu.

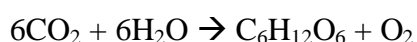
Pada rentang pH antara 3-7 endapan akan membentuk gel dari mikrokristal boehmite ( $\text{AlOOH}$ ) dan dengan pemanasan lebih lanjut akan membentuk endapan gel dan kristal boehmite. Bila dilakukan aging pada suhu  $40\text{ }^\circ\text{C}$ , maka akan terbentuk bayerite  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Gel bayerite bila disaring, dicuci, dan dikalsinasi akan menghasilkan  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Bayerite yang mengalami proses aging lebih lanjut pada suhu yang lebih tinggi yaitu  $80\text{ }^\circ\text{C}$  akan menghasilkan boehmite yang lebih kristalin. Setelah disaring, dicuci, dan dikalsinasi pada suhu  $650\text{ }^\circ\text{C}$ , boehmite ini akan membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

## 2.6 Hidrolisis

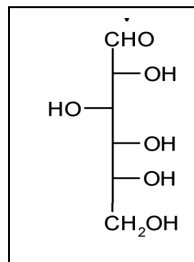
Hidrolisis merupakan suatu reaksi pemecahan molekul besar menjadi bagian-bagian yang lebih kecil yang merupakan komponen monomer dari senyawa itu sendiri, melalui adisi oleh air. Pemutusan rantai polimer tersebut dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu secara enzimatik dan kimiawi. Hidrolisis kimiawi biasanya menggunakan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) atau asam klorida ( $\text{HCl}$ ) sedangkan hidrolisis enzimatik adalah hidrolisis dengan menggunakan enzim.

## 2.7 Glukosa

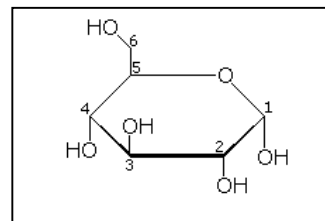
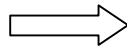
Glukosa adalah salah satu karbohidrat terpenting yang digunakan sebagai sumber tenaga bagi makhluk hidup. Glukosa termasuk kelompok senyawa monosakarida yang merupakan metabolit primer yang banyak digunakan oleh tanaman melalui fotosintesis. Sintesis glukosa melalui fotosintesis:



Bentuk alami (D-glukosa) disebut dekstrosa, terutama pada industri pangan. Glukosa ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ) memiliki struktur:



Struktur Fischer  
Glukosa



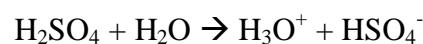
Struktur Haworth Glukosa

Glukosa ( $C_6H_{12}O_6$ ; berat molekul 180.18 g/mol) adalah heksosa, monosakarida yang mengandung enam atom karbon. Glukosa merupakan senyawa aldehyd (mengandung gugus  $-CHO$ ). Lima karbon dan satu oksigennya membentuk cincin yang disebut “cincin piranosa”, bentuk yang paling stabil untuk aldosa berkarbon enam.

Monosakarida merupakan karbohidrat yang tidak dapat dihidrolisis menjadi molekul karbohidrat yang lebih kecil (Fessendan & Fessenden, 1992.). Glukosa sebagai salah satu monosakarida bila dihidrolisis tidak dapat terurai menjadi molekul karbohidrat yang lebih sederhana lagi, namun dapat menghasilkan senyawa lain yang tidak termasuk golongan karbohidrat, yaitu asam levulinat.

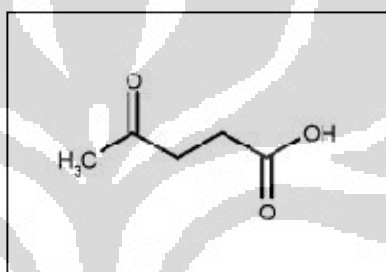
## 2.8 Asam sulfat ( $H_2SO_4$ )

Asam sulfat atau yang biasa dikenal dengan rumus molekul  $H_2SO_4$  memiliki berat molekul 98,08 g/mol, titik leleh pada  $10\text{ }^\circ\text{C}$ , densitas sebesar  $1,84\text{ g/cm}^3$ , dan dapat larut dalam air pada semua perbandingan. Asam sulfat banyak digunakan dalam industri seperti pemrosesan bijih mineral, sintesis kimia, pemrosesan air limbah, dan pengilangan minyak. Reaksi hidrasi (pelarutan dalam air) dari asam sulfat adalah reaksi eksoterm yang kuat. Asam sulfat akan membentuk ion hidronium bila dicampur dengan air.



## 2.9 Asam Levulinat

Asam levulinat dengan nama IUPAC asam 4-oksopentanoat, merupakan suatu senyawa yang memiliki gugus keto dan karboksilat. Rumus molekul asam levulinat adalah  $C_5H_8O_3$  (Uslu, Hasan, 2009). Asam levulinat larut dalam air, etanol, dietileter, aseton dan tidak larut dalam hidrokarbon alifatik. Asam levulinat banyak digunakan dalam industri karet sintetis, nilon, plastik, dan juga sebagai prekursor produksi industri bahan kimia seperti metiltetrahidrofur, valerolakton, dan etil levulinat. Pada kondisi normal, asam levulinat merupakan campuran kristalin yang tidak berwarna dengan titik leleh  $37\text{ }^\circ\text{C}$ , titik didih yaitu  $246\text{ }^\circ\text{C}$ .



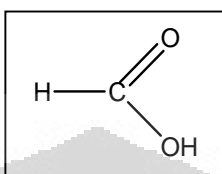
Gambar 2.4 Struktur Asam levulinat  
(Girisuta, B.; Janssen, L. P. B. M.; Heeres, H. J., 2007.)

Asam levulinat dapat disintesis dari reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis asam. Katalis asam yang digunakan adalah asam sulfat.

## 2.10 Asam Format

Asam format dengan rumus molekul  $HCOOH$  merupakan asam organik paling sederhana yang hadir dalam jumlah besar dalam kehidupan tumbuhan dan hewan. Asam format pada suhu kamar berupa cairan bening dengan titik leleh  $8.4\text{ }^\circ\text{C}$ , titik didih  $101\text{ }^\circ\text{C}$ , dan memiliki bau asam yang tajam. Senyawa ini mudah terdekomposisi dalam lingkungan menjadi air dan karbon monoksida.

Asam format banyak digunakan dalam berbagai macam manufaktur tekstil, manufaktur karet alami, zat pengawet dan antibakteri untuk makanan ternak. (<http://www.kemira.com/en/solutionsproducts/Pages/formicacid.aspx>)

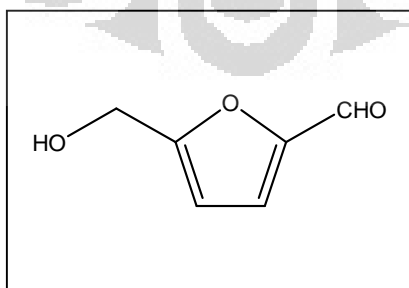


Gambar 2.5 Asam Format

### 2.11 Hidroksimetilfurfural (HMF)

Hidroksimetilfurfural (HMF) yang juga sering disebut dengan 5-hidroksimetilfurfural, merupakan suatu campuran organik yang diturunkan dari dehidrasi gula. Senyawa ini memiliki gugus fungsi aldehyd dan alkohol. HMF merupakan padatan yang tidak berwarna dan memiliki titik leleh 30–34 °C, serta titik didih 114–116 °C. HMF bersifat sangat larut dalam air dan banyak ditemukan di dalam susu, buah-buahan, madu, dan lain-lain.

HMF yang dioksidasi dapat menghasilkan asam 2,5-furan dikarboksilat sebagai pengganti asam tereftalat dalam produksi plastik.



Gambar 2.6 Stuktur Hidroksimetilfurfural

## 2.11 Humin

Humin merupakan campuran organik yang tidak larut dalam ekstraktan alkalin. Humin dianggap sebagai fraksi organik tanah yang paling keras sehingga keberadaannya paling lama di dalam tanah. Sulitnya mengisolasi dan menganalisis humin karena adanya gabungan komponen organik dan anorganik serta kurangnya informasi mengenai strukturnya menyebabkan humin merupakan fraksi organik tanah yang paling sedikit dikarakterisasi (Simpson, Andre J. et.al., 2007).

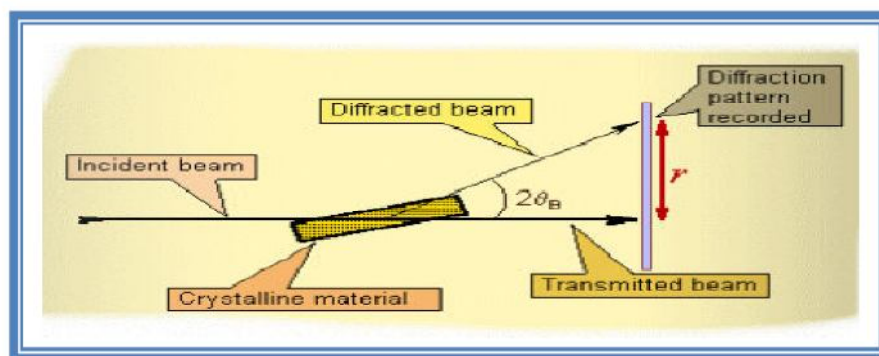
## 2.13 Karakterisasi

### 2.13.1 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis diperlukan untuk membandingkan struktur katalis yang dihasilkan melalui sintesis dengan struktur katalis standar .

#### 1. Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

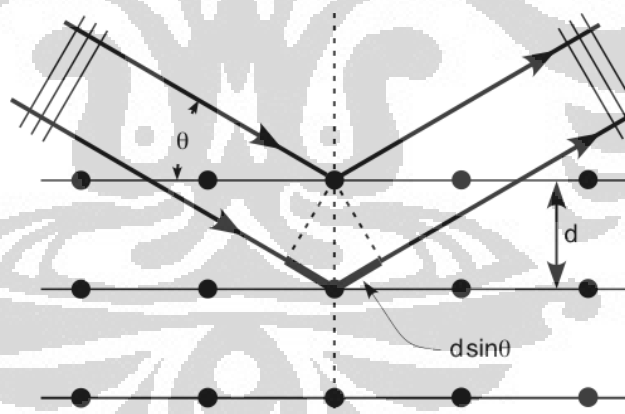
Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dari suatu padatan dengan cara penghamburan sinar-X. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 ppm, yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis.



Gambar 2.7 Prinsip kerja XRD

([www.forumsains.com/fisika/difraksi-bragg](http://www.forumsains.com/fisika/difraksi-bragg), 2007)

Bila seberkas sinar-X menumbuk permukaan bidang kristal Miller, maka sebagian sinar akan dihamburkan atau diteruskan ke lapisan bidang atom atau molekul lainnya. Sinar-X yang dihamburkan bersifat koheren dapat berinterferensi secara konstruktif atau destruktif. Interferensi konstruktif terjadi bila berkas sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa.



Gambar 2.8 Difraksi sinar-X Pada Suatu Kristal

(<http://digilib.unnes.ac.id>, 2007)

Kondisi satu fasa tercapai apabila jarak  $BC+CD$  sama dengan harga bilangan bulat ( $n$ ) dari panjang gelombang radiasi. Dapat dituliskan sebagai berikut:

$$BC+CD=n\lambda$$

di mana  $n$ = orde reaksi

oleh karena  $BC+CD=2d\sin\theta$ , maka interferensi konstruktif pada sudut  $\theta$ :

$$n\lambda=2d\sin\theta$$

(Persamaan Bragg)

Keterangan:  $d$ =jarak antara kristal

$\theta$ =sudut difraksi

$\lambda$ =panjang gelombang sinar-X

sinar-X akan dipantulkan jika sudut pandang sinar-X sama dengan:

$$2\theta=n\lambda/2d$$

jika sudut ( $\theta$ ) sinar datang tidak memenuhi persamaan di atas maka akan mengalami interferensi destruktif. Dengan mengetahui data nilai  $d$ , sudut ( $2\theta$ ) dan intensitasnya maka dapat diketahui senyawa dan struktur kristal dari sampel dengan membandingkan data tersebut dengan data standar.

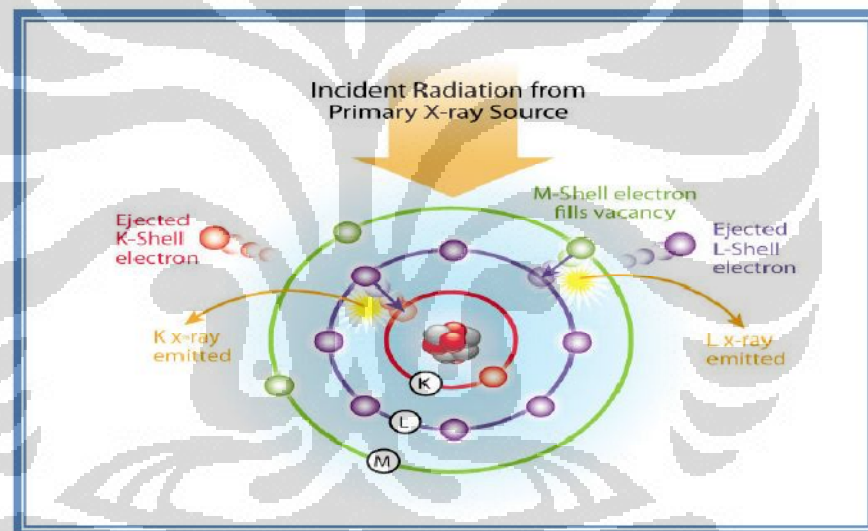
## 2. Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF)

Analisis perpendaran sinar-X merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk menentukan jenis unsur (analisis kualitatif) dan kadar unsur (analisis kuantitatif) yang dikandung dalam suatu bahan. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat maupun serbuk. Kelemahan dari XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa dan struktur apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material, serta tidak dapat menganalisis unsur di bawah nomor atom 10.

Apabila terjadi eksitasi sinar-X yang berasal dari tabung X-Ray atau sumber radioaktif lalu mengenai sampel, sinar-X tersebut dapat diabsorpsi oleh material dan dapat terjadi efek fotolistrik, yaitu proses di mana sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang paling dalam. Selama proses ini, bila sinar-X memiliki cukup energi, yaitu bila energinya lebih tinggi daripada energi ikat elektron dalam orbit K, L atau M

atom target, maka elektron dalam target keluar dari kulitnya dan menimbulkan kekosongan pada orbit yang bersangkutan.

Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil, sehingga elektron dari kulit di atasnya pindah ke kulit yang kosong tersebut dan menghasilkan energi sinar-X yang karakteristik untuk unsur tersebut. Emisi sinar-X yang dihasilkan dari proses ini disebut *X-Ray Fluorescence (XRF)*, yang kemudian ditangkap oleh detektor. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Jenis spektrum X-Ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda. (<http://www.rigaku.com/xrf/about-tech.2008>). Proses fluoresensi dari sinar-X diperhatikan pada gambar 2.9.



Gambar 2.9 Proses Terbentuknya Sinar-X Karakteristik  
([www.niton.com/how-xrf-works.aspx](http://www.niton.com/how-xrf-works.aspx))

### 3. Analisis BET

Metode BET (Brunauer-Emmet-Teller) merupakan metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan berpori, ukuran pori-pori, dan volume pori-pori. Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas  $N_2$  pada permukaan padatan berpori.



Sampel yang akan dianalisis dengan berat yang diketahui, diletakkan dalam tabung yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan di bawah vakum ( $10^{-4}$  Torr) untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Tabung didinginkan dalam nitrogen cair, dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan ke dalam tabung. Setelah mencapai kesetimbangan, tekanan dalam tabung diukur. Hal ini dilakukan berulang kali dengan jumlah-jumlah tertentu gas  $N_2$ . Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah  $N_2$  yang teradsorpsi. (Wibowo, Widayanti, 2004).

Bertambahnya secara bertahap volume  $N_2$  yang diadsorpsi pada keadaan awal menunjukkan adsorpsi monolayer, dan dilanjutkan dengan adsorpsi multilayer. Volume dari adsorpsi monolayer ditentukan dengan cara ekstrapolasi ke tekanan nol. Digunakan persamaan BET:

$$\frac{P}{V_{\text{ads}}(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0}$$

Keterangan:

P= tekanan

$V_{\text{ads}}$ = volume gas yang diadsorpsi pada tekanan P

$P_0$ = tekanan jenuh, biasanya 200-400 Torr

$V_m$ = volume gas yang diadsorpsi pada lapisan monolayer

C= tetapan BET (yang menunjukkan adanya interaksi adsorben-adsorbat)

Dengan mengalurkan nilai sisi kiri persamaan terhadap  $P/P_0$  diperoleh persamaan garis lurus dengan:

$$\text{Slope} = S = \frac{(C-1)}{V_m C} ; \text{intercept} = I = \frac{1}{V_m C} ; \text{dan } V_m = \frac{I}{S+I} \quad (\text{dalam } \text{m}^2/\text{g})$$

Total luas permukaan dari sampel;

$$SA = V_m \times N \times A_m \times 10^{-20}$$

Di mana:

N: bilangan Avogadro  $6,023 \times 10^{23}$  molekul/mol

M: berat molekul adsorbat

$A_m$ : luas penampang molekul adsorbat gas  $N_2$  yaitu  $16,2 \text{ \AA}^2$  pada 77K

Luas Permukaan Spesifik (LPS) padatan dapat dihitung dengan cara membagi total luas permukaan dengan berat sampel  $w$ :

$$LPS = SA/w$$

#### 4. Analisis FT-IR

Dasar analisis pada pengukuran FT-IR adalah perbedaan panjang gelombang absorpsi masing-masing gugus fungsi. Spektrum infra merah berhubungan dengan ikatan kovalen dalam senyawa organik. Dengan mengidentifikasi panjang gelombang atau bilangan gelombang dari masing-masing pita serapan yang terdapat pada spektrum senyawa yang diidentifikasi, kemudian dibandingkan terhadap standar, dalam hal ini telah dibuat suatu tabel yang digunakan sebagai acuan, maka gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa dapat ditentukan. (Sastrohamidjojo, Hardjono. 1992.)

Alat spektrofotometer FT-IR terdiri dari komponen-komponen utama, yaitu:

##### ➤ Sumber sinar

Sumber sinar yang biasa digunakan adalah zat padat inert yang dipanaskan dengan listrik pada suhu antara 1500-2000 K. Tiga jenis sumber yang biasa digunakan adalah: Nerst glower, global, dari silikon karbida dan kawat nikrom.

➤ Interferometer

Interferometer digunakan untuk membentuk sinyal baru yang memunculkan frekuensi rendah, di mana mengandung informasi yang sama pada sinyal asli infra merah.

➤ Detektor

Detektor yang biasa digunakan adalah detektor fotokonduktif dari semikonduktor (PbSi, PbSe, atau Ge) atau detektor termal seperti termokopel dan holometer. Spektrofotometer FT-IR yang diperdagangkan, biasanya menggunakan sistem berkas ganda dengan energi radiasi secara bergantian melalui sampel dan zat pembanding.

Prinsip alat spektrofotometer FT-IR adalah:

Sumber sinar → sampel → interferometer → detektor → rekorder

### 2.13.2 Karakterisasi Asam Levulinat

#### 1. High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Kromatografi merupakan teknik analisis yang telah banyak digunakan mulai dari gas kromatografi sampai pada kromatografi cair. Semuanya telah menunjukkan hasil yang baik dalam suatu system pemisahn, walaupun efisiensinya kecil dan memerlukan waktu yang cukup lama dalam pengerjaannya.

Berbagai-bagai variasi penggunaan sistem baru dalam kromatografi cair:

- *High Speed Liquid Chromatography (HSLC)*
- *High Efficiency Liquid Chromatography (HELIC)*
- *High Pressure Liquid Chromatography (HPLC)*

Ketiga sistem ini kemudian digabung dalam sistem yang lebih modern yaitu *High Performance Liquid Chromatography*. Sistem ini dibuat mirip dengan kromatografi gas yang terdiri dari fasa stationer dengan permukaan aktifnya berupa padatan, larutan, resin penukar ion atau polimer berpori. Fasa stationer ini

ditempatkan pada kolom serta dialiri fasa mobil cair dengan aliran yang diatur oleh suatu pompa.

Keunggulan HPLC dari kromatografi cair lainnya adalah: (Sunardi, 2006)

1. Kolom HPLC dapat dipakai berulang kali tanpa harus diregenerasi
2. Tercapainya pemisahan yang memuaskan pada kolom
3. Peralatan HPLC dapat dioperasikan secara otomatis dan kuantitatif
4. Waktu analisis yang relative singkat
5. Untuk keperluan preparatif dapat dilakukan dalam skala besar

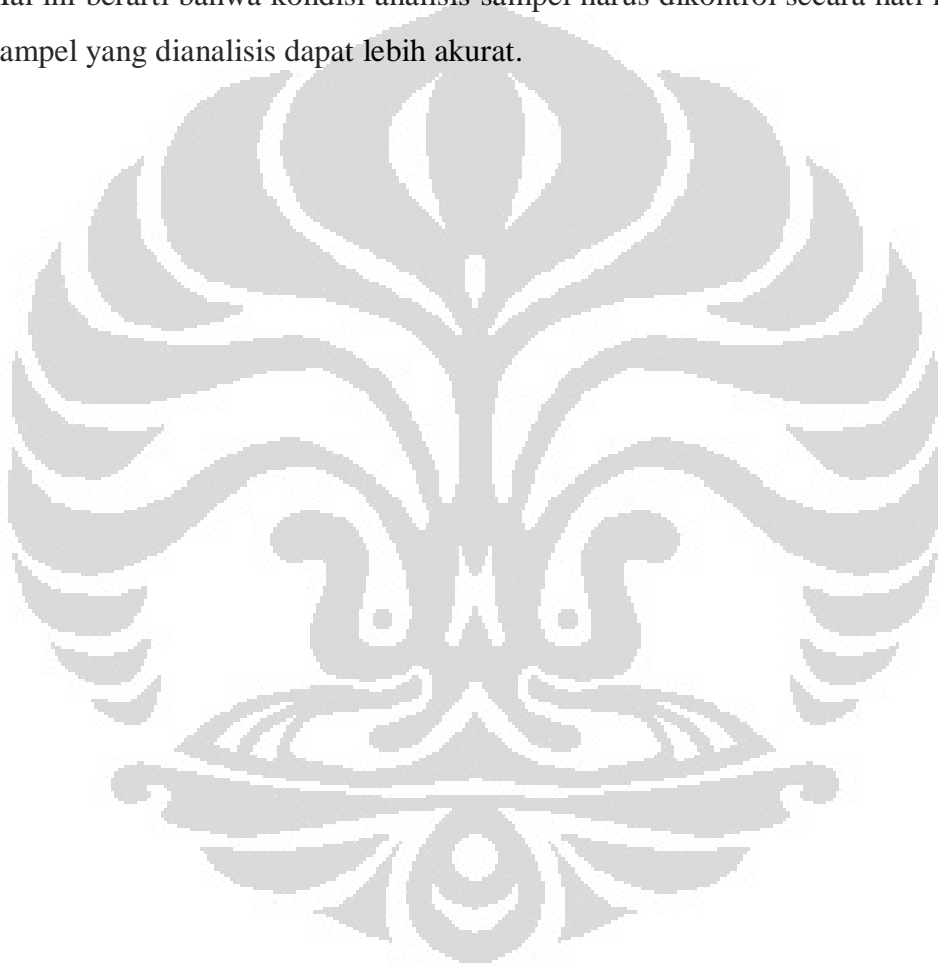
HPLC secara mendasar merupakan perkembangan tingkat tinggi dari kromatografi kolom. Selain dari pelarut yang menetes melalui kolom di bawah gravitasi, didukung melalui tekanan tinggi sampai dengan 400 atm. Ini membuatnya lebih cepat. HPLC memperbolehkan penggunaan partikel yang berukuran sangat kecil untuk material terpadatkan dalam kolom yang mana akan memberi luas permukaan yang lebih besar berinteraksi antara fase diam dan molekul-molekul yang melintasinya. Hal ini memungkinkan pemisahan yang lebih baik dari komponen-komponen dalam campuran.

Perkembangan yang lebih luas melalui kromatografi kolom mempertimbangkan metode pendeteksian yang dapat digunakan. Metode-metode ini sangat otomatis dan peka. Dalam HPLC ada dua jenis kolom dan pelarut yaitu fasa normal dan fasa terbalik. Pada fasa normal kolom (fasa diam) diisi dengan partikel silika yang sangat kecil, kolom pada fasa normal bersifat polar dan fasa gerakanya bersifat non-polar. Senyawa-senyawa polar dalam campuran melalui kolom akan melekat lebih lama pada silika yang polar dibanding dengan senyawa-senyawa non-polar. Oleh karena itu, senyawa yang non-polar kemudian akan lebih cepat melewati kolom. Waktu yang dibutuhkan oleh senyawa untuk bergerak melalui kolom menuju detektor disebut sebagai waktu retensi. Waktu retensi diukur berdasarkan waktu dimana sampel diinjeksikan sampai sampel menunjukkan ketinggian puncak yang maksimum dari senyawa itu.

Senyawa yang berbeda memiliki waktu retensi yang berbeda pula. Untuk beberapa senyawa, waktu retensi akan sangat bervariasi dan bergantung pada:

- Tekanan yang digunakan (karena itu akan berpengaruh pada laju alir dari pelarut)
- Kondisi dari fase diam (tidak hanya terbuat dari material apa, tetapi juga pada ukuran partikel)
- Komposisi yang tepat dari pelarut
- Suhu pada kolom

Hal ini berarti bahwa kondisi analisis sampel harus dikontrol secara hati-hati agar sampel yang dianalisis dapat lebih akurat.



## BAB 3

### METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di laboratorium penelitian Kimia Fisik, Departemen Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok dan Laboratorium Teknologi Biomassa, Fakultas Teknik Industri, Universitas Parahyangan, Bandung.

Penelitian ini dilakukan dengan membuat katalis padatan gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) terlebih dahulu kemudian dilakukan reaksi hidrolisis glukosa. reaksi hidrolisis glukosa terbagi menjadi 3 yaitu:

1. reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis homogen ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
2. reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis heterogen ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ )
3. reaksi hidrolisis glukosa tanpa katalis

Hasil katalis padatan asam yang telah dibuat kemudian dilakukan karakterisasi dengan XRD, XRF, BET, dan FT-IR. Selanjutnya, katalis dapat digunakan untuk menghidrolisis glukosa. Hasil produk akhir dilakukan karakterisasi dengan HPLC.

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1. Alat

##### a. Pembuatan Katalis Padatan Asam Gamma Alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ )

- |                       |                 |
|-----------------------|-----------------|
| 1. Peralatan gelas    | 7. Pompa vakum  |
| 2. Neraca analitik    | 8. Crucible lid |
| 3. Botol polipropilen | 9. Oven         |
| 4. <i>Water bath</i>  | 10. Furnace     |

- 5. Kertas saring
- 6. Penyaring Buchner
- 11. Kertas pH indikator
- 12. Buret

b. Karakterisasi Katalis

- 1. Difraktometer sinar-X (Philips PW 2213/20)
- 2. Fluoresensi sinar-X
- 3. Alat uji BET (Autosorb 6)
- 4. FT-IR

c. Reaksi Hidrolisis Glukosa

- 1. Reaktor autoklaf
- 2. Sensor suhu
- 3. Gasket
- 4. hot plate dan stirrer
- 5. *Ring stand*
- 6. *Magnetic stirrer*
- 7. Corong
- 8. Kertas saring

d. Karakterisasi Asam Levulinat

1. HPLC Hitachi Autosampler L-2000
2. Kolom Bio-Rad acid organic HPX-87H
3. Detektor: Refractive Index Detector
4. Vial
5. Labu ukur 10 mL

3.1.2 Bahan

a. Pembuatan Katalis Gamma Alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ )

- |   |                                |
|---|--------------------------------|
| 1. Scrap Aluminium                        | 6. $\text{H}_2\text{SO}_4$ 1 N |
| 2. Aquademin                              | 7. $\text{BaCl}_2$ 0,1 M       |
| 3. Larutan $\text{NH}_4\text{OH}$ 6,4 M   |                                |
| 4. Larutan $\text{H}_2\text{SO}_4$ 6,25 M |                                |
| 5. Garam $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 4%   |                                |

b. Reaksi Hidrolisis Glukosa

1. Glukosa
2.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 M
3. Aquades

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Pembuatan Katalis Gamma Alumina Tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ )

Pembuatan katalis asam gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) didahului dengan proses pembuatan boehmite. Prosedur pertama yang dilakukan adalah melarutkan aluminium *scrap* dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6,25 M di mana aluminium *scrap* telah dipisahkan dari pengotornya terlebih dahulu. Proses pelarutan



aluminium *scrap* dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6,25 M dilakukan dengan refluks. Setelah larut kemudian larutan disaring untuk memisahkan endapan yang terdapat dalam larutan.

Filtrat bening yang didapat diambil 50 mL kemudian ditambahkan dengan air sebanyak 50 mL. Larutan tersebut ditambahkan dengan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  6,4 M dengan menggunakan buret secara perlahan-lahan sambil dilakukan pengadukan sampai pH campuran sekitar 9-10 dan terbentuk endapan gel  $\text{Al}(\text{OH})_3$  berwarna putih. Kontrol pH dilakukan dengan menggunakan kertas pH indikator.

Larutan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  yang terbentuk kemudian diaging dalam botol propilen yang dipanaskan dalam penangas air pada suhu  $80\text{ }^\circ\text{C}$  selama 96 jam. Setelah diaging, larutan didiamkan semalam, lalu dicuci dengan aquademin sampai pH netral dan bebas ion  $\text{SO}_4^{2-}$  yang diuji dengan larutan  $\text{BaCl}_2$ . Endapan yang sudah netral dan bebas ion  $\text{SO}_4^{2-}$  dilarutkan dengan larutan amonium asetat 4% ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) sampai terbentuk suspensi, kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. Setelah itu endapan dibuat pelet dan dikeringkan pada suhu  $140\text{ }^\circ\text{C}$  selama 16 jam. Hasil yang terbentuk merupakan boehmite dan akan dilakukan karakterisasi dengan XRD.

Boehmite yang didapat kemudian diimpregnasi dengan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1N (15 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N setiap gram padatan). Campuran didekantasi, dicuci dengan aquademin, dikeringkan pada suhu  $140\text{ }^\circ\text{C}$  selama 16 jam, dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu  $650\text{ }^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Padatan yang didapatkan merupakan katalis asam gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) yang selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD, XRF, FT-IR, dan BET. Bagan kerja pembuatan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  dapat dilihat pada Lampiran 1.

### 3.2.2 Reaksi Hidrolisis Glukosa

Hidrolisis glukosa dilakukan dengan menggunakan mini reaktor yang bertekanan tinggi (mini autoclave). Hidrolisis dilakukan dalam 3 cara:

1. Reaksi hidrolisis dengan menggunakan katalis homogen

Hidrolisis dilakukan dengan melarutkan 0,18 gram glukosa dalam 10 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang langsung dituangkan ke dalam mini reactor. Proses hidrolisis dilakukan dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.

2. Reaksi hidrolisis dengan menggunakan katalis heterogen

Hidrolisis dilakukan dengan melarutkan 0,18 gram glukosa dalam 10 mL air dan ditambahkan katalis asam gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) sebanyak 5% dari berat glukosa yang ditambahkan. Reaksi dilakukan dengan variasi waktu 4 jam, 6 jam, dan 8 jam.

3. Reaksi hidrolisis tanpa menggunakan katalis

Hidrolisis dilakukan dengan melarutkan 0,18 gram glukosa dalam 10 mL air dan dilakukan reaksi dengan variasi waktu reaksi 4 jam, 6 jam, dan 8 jam.

### 3.2.3 Pembuatan Larutan Standar

#### 3.2.3.1 Larutan Standar Glukosa

Larutan induk glukosa 0,01 M dibuat dengan menimbang 0,18 gram glukosa, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5,04 mM sampai tanda batas. Larutan ini selanjutnya digunakan sebagai larutan induk untuk membuat deret larutan standar glukosa berikutnya, dengan variasi konsentrasi  $10^{-4} - 10^{-3}$  M. Deret larutan standar glukosa ini dianalisis menggunakan HPLC dengan kondisi kecepatan alir 0,6 mL/menit, suhu kolom 40 °C, dan fase gerak yang digunakan adalah  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5,04 mM. Nilai waktu retensi yang diperoleh digunakan untuk uji kualitatif dan nilai luas area untuk uji kuantitatif. Dari nilai luas area dan konsentrasi masing-masing larutan standar glukosa, dibuat persamaan regresi linier.

#### 3.2.3.2 Larutan Standar Asam Levulinat

Larutan induk asam levulinat dibuat dengan menuangkan 0,1034 mL senyawa asam levulinat ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5,04 mM sampai tanda batas. Larutan ini selanjutnya digunakan sebagai dasar untuk

membuat deret larutan standar asam levulinat berikutnya, dengan variasi konsentrasi sebesar  $10^{-4}$ - $10^{-3}$  M. Langkah pekerjaan selanjutnya sama seperti tahap 3.2.3.1 di atas.

#### 3.2.3.3 Larutan Standar Asam Format

Larutan induk asam format 0,01 M dibuat dengan menuangkan 0,04 mL senyawa asam format ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan larutan  $H_2SO_4$  5,04 mM sampai tanda batas. Larutan ini selanjutnya digunakan sebagai dasar untuk membuat deret larutan standar asam format berikutnya, dengan variasi konsentrasi sebesar  $10^{-4}$ - $10^{-3}$  M. Langkah pekerjaan selanjutnya sama seperti tahap 3.2.3.1 di atas.

#### 3.2.4 Penentuan Konversi Glukosa, Rendemen Asam Format dan Asam Levulinat

Reaksi hidrolisis yang telah dilakukan ditentukan konversinya dari glukosa menjadi produk-produknya seperti asam levulinat dan asam format dengan menggunakan HPLC.

## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Pembuatan Katalis Padatan Asam ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ )

Proses pembuatan gamma alumina diawali dengan melarutkan *scrap* aluminium ke dalam larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6,25 M yang akan menghasilkan warna hitam. Endapan hitam yang terbentuk kemudian disaring sehingga didapatkan larutan aluminium sulfat yang tidak berwarna.



Gambar 4.1 *Scrap* aluminium

Larutan aluminium sulfat yang tidak berwarna ini kemudian ditambahkan dengan ammonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 6,4 M yang dilakukan dengan cara penetesan melalui buret dan distirer agar pengendapan sempurna. Penambahan amonium hidroksida akan menghasilkan gel berwarna putih dan penambahan berhenti dilakukan ketika pH larutan berada pada kisaran 9 sampai 10. Reaksi yang terjadi pada penambahan amonium hidroksida adalah sebagai berikut:



Aluminium hidroksida berupa gel berwarna putih seperti gelatin dan kelarutannya berkurang dengan adanya garam amonium karena adanya efek ion sejenis. Bentuk aluminium hidroksida dipengaruhi oleh kondisi pH. Gamma alumina dalam penelitian ini harus berasal dari boehmit dengan kontrol pH sekitar 9 sampai 10.



Gambar 4.2 Gel  $\text{Al}(\text{OH})_3$

Gel yang didapatkan kemudian diaging dalam botol polipropilen selama 96 jam pada suhu  $80\text{ }^\circ\text{C}$ . Proses aging ini bertujuan untuk menghasilkan boehmit yang lebih kristalin. Proses aging pada suhu  $80\text{ }^\circ\text{C}$  menghasilkan aluminium oksida hidroksida  $[\text{AlO}(\text{OH})]$  atau boehmit. Boehmit merupakan alumina hidrat yang berbentuk amorf. Bentuk amorf ini dikarenakan boehmit masih mengandung hidrogen dalam jumlah relatif besar, biasanya dalam bentuk  $\text{H}_2\text{O}$ , hidroksida, atau proton.

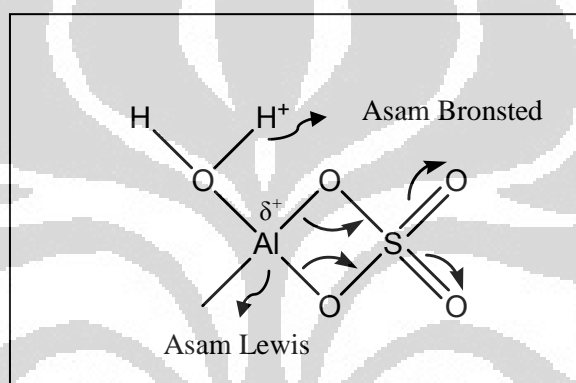


Gambar 4.3 Proses Aging

Gel yang didapatkan setelah proses aging masih mengandung sisa-sisa reagen yaitu berupa ion-ion kationik (seperti  $\text{NH}_4^+$ ) maupun ion-ion anionik (seperti  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{OH}^-$ ). Sisa-sisa reagen tersebut dapat dihilangkan dengan cara pencucian menggunakan aquademin sambil disaring sampai air cucian netral. Untuk menguji masih terdapatnya ion sulfat atau tidak, air cucian yang dihasilkan ditetaskan dengan larutan  $\text{BaCl}_2$  1 M. Apabila masih terdapat ion sulfat, maka akan terbentuk endapan  $\text{BaSO}_4$  yang berwarna putih. Hasil saringan kemudian dibuat pellet dan dipanaskan dalam oven pada suhu  $140^\circ\text{C}$  selama 16 jam. Tujuan pemanasan ini adalah untuk menghilangkan air yang masih terkandung di dalamnya. Kristal yang didapatkan setelah pengeringan adalah boehmit ( $\text{AlO}(\text{OH})$ ).

Boehmit kemudian diimpregnasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N. Tujuan dilakukan impregnasi pada boehmit adalah untuk meningkatkan sisi asam gamma alumina. Banyaknya  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang diimpregnasi ke dalam kristal didasarkan pada berat boehmit yang didapatkan yaitu 15 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N untuk setiap 1 gram boehmit.

Proses penambahan asam sulfat ini disebut proses sulfatasi, yaitu proses pemasukan gugus sulfat pada padatan boehmit sehingga meningkatkan kekuatan sisi asam Lewis dan menghasilkan sisi asam Bronsted pada alumina. Kestabilan dan keasaman permukaan dari katalis gamma alumina sangat dipengaruhi oleh proses sulfatasi. (Mekhemer, A.H., Gamal, 2005). Sisi asam Lewis pada permukaan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tersulfat ini lebih kuat dibandingkan sisi asam Lewis pada permukaan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  murni. Sisi asam Lewis digambarkan sebagai gugus sulfat yang berikatan dengan ion logam  $\text{Al}^{3+}$ .



Gambar 4.4 Skema Sisi Asam Lewis dan Asam Bronsted Pada Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  (Alvarez, Milena, et.al., 2009)

Gambar 4.4 merupakan gambar yang menunjukkan sisi asam Lewis dan asam Bronsted dari katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ . Sisi asam Bronsted dihasilkan dari interaksi sisi asam Lewis dengan air. Walaupun tidak dapat diketahui secara pasti berapa banyak sisi asam pada alumina tersulfat, namun dapat diharapkan bahwa kedua sisi asam Lewis dan Bronsted meningkat pada alumina tersulfat yang digambarkan seperti Gambar 4.4. Kekuatan asam meningkat secara kuat dengan adanya efek induktif pada ikatan S=O (Alvarez, Milena, et.al., 2009).

Boehmit yang telah diimpregnasi kemudian dibilas dengan aquademin kemudian dikeringkan di dalam oven selama 16 jam pada suhu 140 °C. Hasil pengeringan kemudian dikalsinasi pada suhu 650 °C selama 4 jam.

Pemilihan suhu 650 °C adalah agar didapatkan padatan gamma alumina, karena gamma alumina tersebut terbentuk pada kisaran suhu 550 °C- 750 °C. Tujuan kalsinasi ini adalah untuk membentuk oksida logam tersulfat, yaitu  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ , dekomposisi prekursor logam dengan pembentukan oksida, menghilangkan produk-produk gas ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ), dan kation maupun anion yang telah ditambahkan.

Katalis asam yang didapatkan pada penelitian ini adalah gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ). Katalis ini memiliki sifat keasaman dan kestabilan termal yang tinggi. Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  sangat dipengaruhi oleh kehadiran air. Air akan menarik gugus sulfat sehingga katalis ini menjadi deaktif. Tetapi masalah ini dapat dicegah dengan dua cara yaitu: (Kiss, Anton A; A.C., Dimian; G. Rothernberg, 2007).

- a. Menggunakan salah satu reaktan yang berlebih
- b. Meningkatkan temperatur reaksi agar air dapat menguap

Keunggulan katalis ini adalah memiliki permukaan yang hidrofobik, sehingga dapat mencegah pengaruh adanya air terhadap gugus sulfat, sehingga dapat mengadsorpsi molekul asam lemak dari material organik.

#### 4.2 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis diperlukan untuk menentukan keberhasilan pembuatan katalis. Katalis dikarakterisasi dengan beberapa teknik yaitu analisis dengan menggunakan XRD untuk menentukan struktur kristal katalis, analisis dengan menggunakan XRF untuk mengetahui unsur penyusun katalis, dan analisis dengan metode BET untuk mengetahui luas permukaan, volume pori, dan ukuran pori katalis.

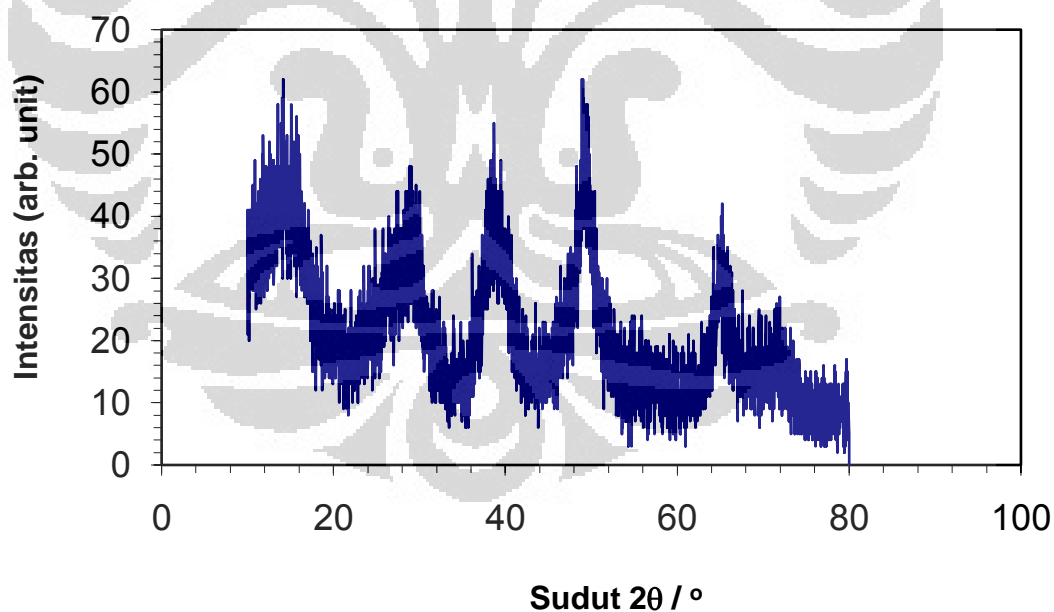


#### 4.2.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Prinsip kerja dari alat XRD ini adalah seberkas sinar-X dilewatkan ke permukaan sampel yang berupa serbuk halus. Selanjutnya, sinar ini sebagian akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis. (Hura, Calvin, 2007). Pada pengukuran ini, dilakukan dengan kisaran sudut difraksi ( $2\theta$ ) dari  $10^\circ$ - $80^\circ$ . Data yang diperoleh berasal dari difraktogram sinar-X yang berisi informasi tentang nilai sudut difraksi ( $2\theta$ ), jarak bidang Kristal ( $d$ ), dan intensitas relatif (%). Selanjutnya, data yang diperoleh dibandingkan dengan data standar dari literatur.

Dalam penelitian ini akan dilakukan pengujian dengan menggunakan XRD untuk boehmit dan katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ . Adapun hasilnya adalah sebagai berikut:

a. Boehmit

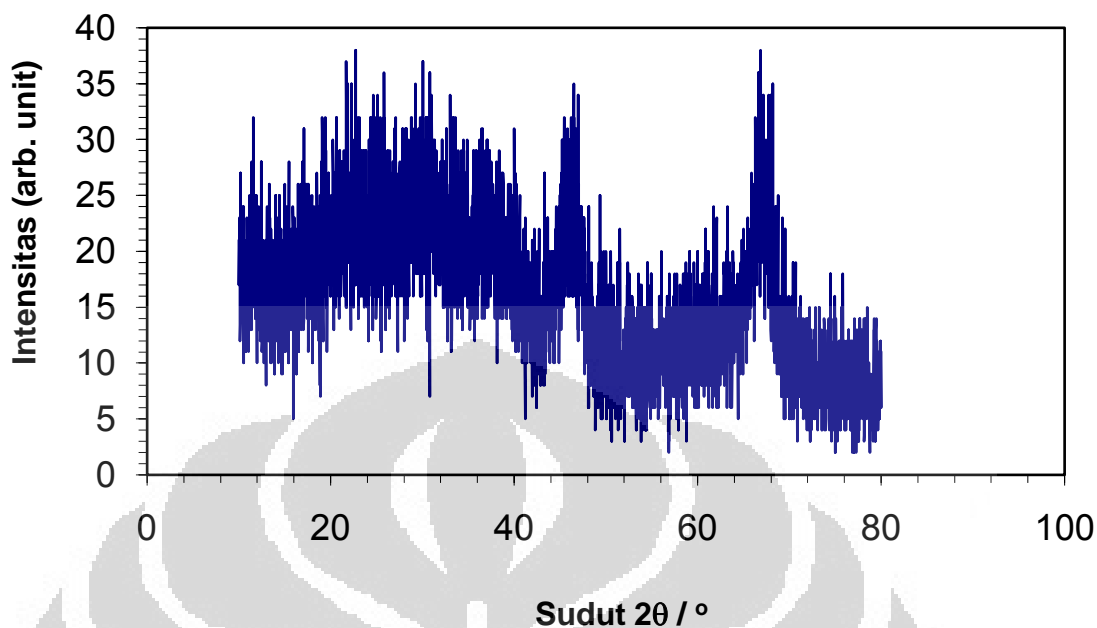


Gambar 4.5 Difraktogram XRD Boehmit

Tabel 4.1 Perbandingan Sudut Difraksi Antara Boehmit Standar dengan Boehmit Hasil Sintesis

HASIL SINTESIS		STANDAR	
2θ (deg)	Intensitas Relatif (%)	2θ (deg)	Intensitas Relatif (%)
15,1766	59,97	14,485	100
29,4658	56,15	28,181	65
38,4731	74,46	37,603	80
49,3109	100	49,211	100
64,9808	59,57	64,980	10
72,074	25,39	72,007	38

Berdasarkan data XRD di atas, terdapat intensitas yang besarnya berbeda antara boehmit standar dengan boehmit hasil sintesis seperti pada sudut  $2\theta$  15,1766 dan 64,9808. Hal ini mungkin dikarenakan ketika dilakukan penetralan sampai bebas sulfat masih terdapat pengotor lain yang terkandung di dalam boehmit sehingga mempengaruhi intensitas relatif untuk boehmit hasil sintesis. Selanjutnya boehmit hasil sintesis digunakan untuk proses sulfatasi kemudian dipanaskan untuk menghilangkan air pada suhu 140 °C kemudian dilakukan kalsinasi pada kisaran suhu 550 °C-750 °C untuk menghasilkan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ .

b. Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ Gambar 4.6 Difraktogram XRD  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ 

Data dari analisis XRD adalah sebagai berikut:

Tabel 4.2 Data Difraksi Sintesis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  Terhadap Standar [ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ] dan [ $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ]

HASIL SINTESIS		STANDAR $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$		STANDAR $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	
2θ (deg)	Intensitas Relatif (%)	2θ (deg)	Intensitas Relatif (%)	2θ (deg)	Intensitas Relatif (%)
45,9397	73,81	45,862	100	46,75	5
67,0627	67,0627	67,032	100	67,474	1

Untuk analisis hasil XRD di atas diperlukan data dari standar  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , karena  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  merupakan katalis yang disintesis dari

penggabungan keduanya. (Anton A. Kiss, Gadi Rothenberg dan Alexandre D. Dimian, 2007). Dari data yang ditampilkan dapat disimpulkan bahwa  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang diimpregnasi tidak menghasilkan  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  melainkan kemungkinan seperti pada Gambar 4.4. Hal ini dikarenakan berdasarkan data yang diberikan, intensitas relatif  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  untuk sudut  $2\theta$  45,9397 adalah 73,81 dan 67,0627 adalah 67,0627 sedangkan dalam standar  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  pada sudut  $2\theta$  yang sama masing-masing adalah 5% dan 1%. Fase dan sifat  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  yang terbentuk dapat dipengaruhi beberapa hal antara lain keadaan dari bahan dasar pembuat katalis, pengeringan, dan suhu kalsinasi.

#### 4.2.2 Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF)

Analisis perpendaran sinar-X digunakan untuk menentukan seberapa banyak kandungan unsur yang telah berhasil dimasukkan ke dalam pori-pori alumina sebagai pendukung katalis.

Pengukuran dengan XRF didasarkan pada energi emisi yang dihasilkan dari pengisian kekosongan elektron yang berasal dari elektron luar. Oleh karena besarnya energi emisi ini khas untuk atom tertentu, maka dapat digunakan untuk analisis unsur kimia.

Pada penelitian ini dilakukan pengujian XRF untuk katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  hasil sintesis. Berikut ini adalah hasil yang diperoleh dari analisis XRF yang disajikan dalam Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data XRF Katalis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

No.	Senyawa	Wt (%)	Mol (%)
1.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	82,7681	65,0973
2.	SiO <sub>2</sub>	1,3470	1,7978
3.	S	12,4199	31,0625
4.	V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0740	0,0396
5.	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,7861	1,3991
6.	NiO	0,0648	0,0696
7.	CuO	0,0851	0,0858
8.	ZnO	0,4550	0,4484

Dari data di atas dapat dilihat bahwa kandungan sulfat yang terdapat pada alumina adalah 12,42% berat. Bila dibandingkan dengan hasil teoritis nilai yang didapatkan sangat berbeda, di mana hasil teoritis yang didapatkan yaitu 45,86% terhadap Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sedangkan dari hasil analisis yaitu 35,88% terhadap Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Berat H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dapat dihitung dari volume yang ditambahkan untuk impregnasi. Karena berat boehmit yang didapatkan sebanyak 2 g, maka volume H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan untuk impregnasi adalah 30 mL. Dari perbedaan nilai yang didapatkan dapat dikatakan bahwa tidak semua sulfat berhasil terimpregnasi. Hal ini mungkin dikarenakan adanya persaingan antara sulfat dan air untuk dapat menempel pada permukaan boehmit. Hal ini dikarenakan asam sulfat yang digunakan adalah 1N di mana larutan ini mengandung banyak air sehingga sulfat yang terimpregnasi lebih sedikit. Selain puncak untuk unsur S, terdapat beberapa puncak lain yang menunjukkan masih terdapat pengotor karena pencucian yang kurang sempurna pada waktu pembuatan katalis. Data spektrum XRF dapat dilihat pada Lampiran 6.

### 4.2.3 Analisis BET

Isoterm BET merupakan metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan, volume pori, dan ukuran pori dari suatu padatan dalam hal ini katalis padatan asam. Alat yang digunakan untuk pengukuran ini adalah Quantachrome NovaWin2 dan pengukuran ini dilakukan di Lemigas. Pada penelitian ini analisis BET dilakukan terhadap katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ . Hasil dari pengukuran katalis tersebut adalah sebagai berikut:

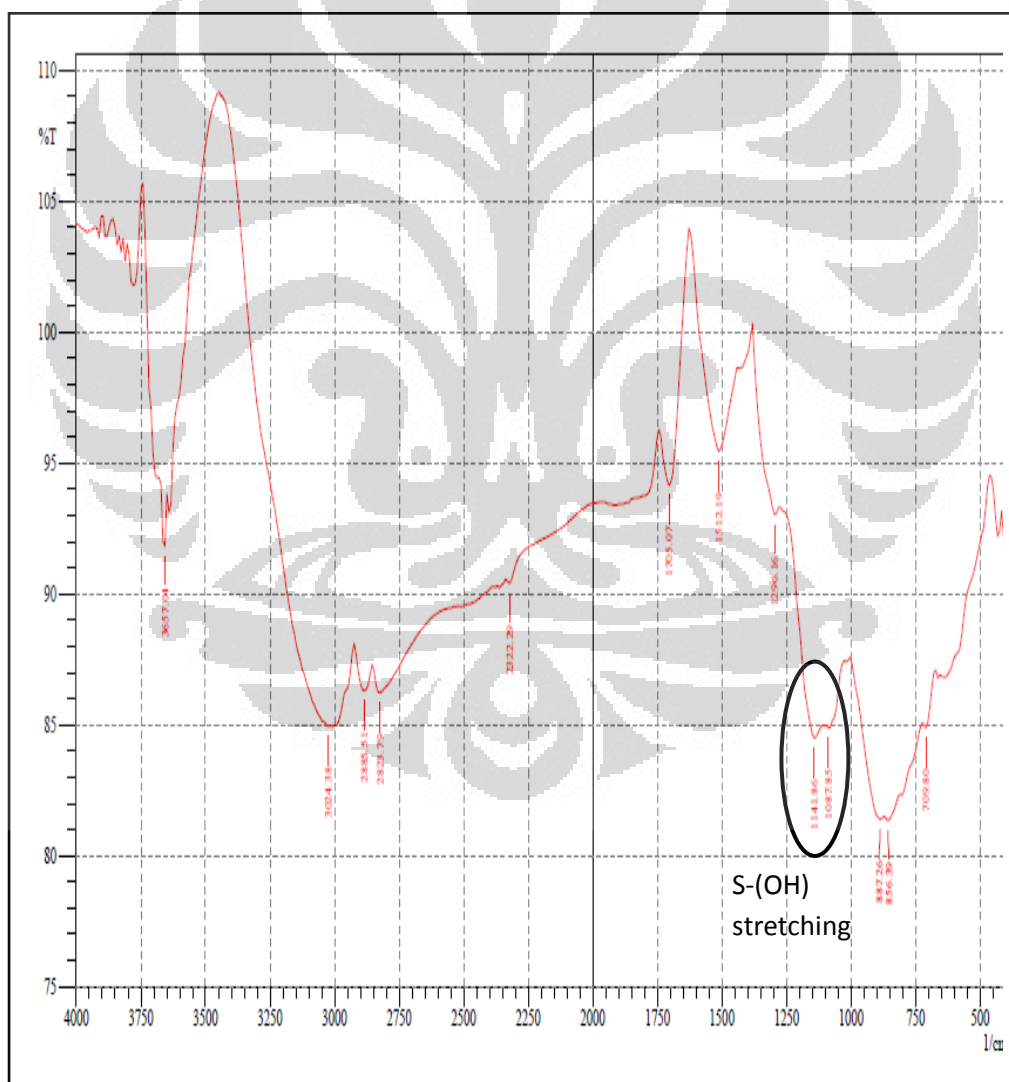
Tabel 4.4 Data Hasil Analisis BET Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

<b>Luas Permukaan (<math>\text{m}^2/\text{g}</math>)</b>	223,81
<b>Volume Pori (<math>\text{cc/g}</math>)</b>	0,2196
<b>Ukuran Pori (A)</b>	39,3

Dari data analisis BET, dapat diketahui bahwa katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  memiliki luas permukaan yang tinggi, yaitu  $223,81 \text{ m}^2/\text{g}$ . Sedangkan untuk volume pori, katalis padatan asam ini memiliki volume pori sebesar  $0,2196 \text{ cc/g}$ . dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa katalis padatan asam hasil sintesis memiliki luas permukaan yang cukup baik, ini menandakan bahwa asam sulfat tersebar secara merata pada permukaan gamma alumina. Hasil BET katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  selengkapnya terdapat pada lampiran 7.

#### 4.2.4 Analisis FT-IR

Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  hasil sintesis dianalisis dengan FT-IR untuk melihat apakah gugus S=O terkandung di dalam katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  atau tidak. Hal tersebut dapat dilihat dari spektrum infra merah yang menunjukkan antara bilangan gelombang dan % transmittance. Bilangan gelombang yang menunjukkan adanya gugus S=O, yaitu sekitar  $1100\text{-}1080\text{ cm}^{-1}$ , dengan intensitas sedang. Pada katalis hasil sintesis ini menunjukkan bilangan gelombang sekitar  $1098\text{ cm}^{-1}$  yang terdeteksi sebagai vibrasi stretching ikatan S-(OH) dari ion  $\text{HSO}_4^-$  yang menunjukkan bahwa gugus sulfat terikat dengan atom aluminium (Guzman-Castillo, et.al., 2003).



Gambar 4.7 Spektrum FT-IR Katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

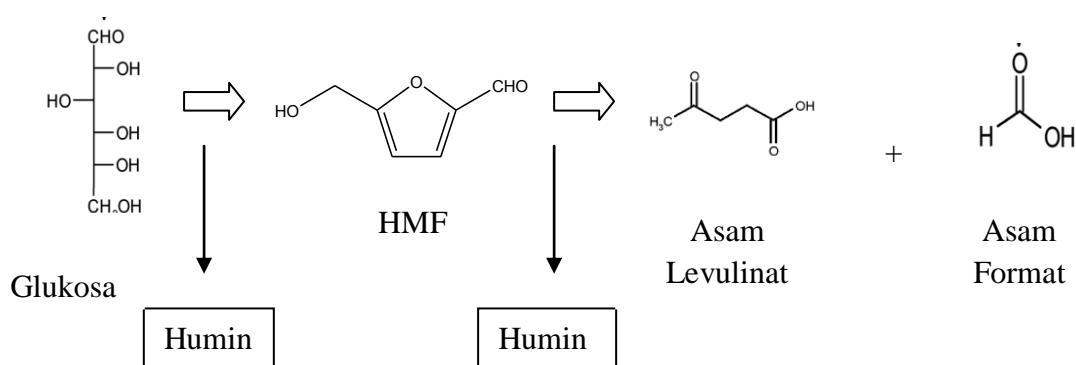
### 4.3 Reaksi Hidrolisis Glukosa

Reaksi hidrolisis glukosa dilakukan dengan 3 proses yaitu reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis homogen yang menggunakan  $H_2SO_4$ , katalis heterogen yang menggunakan katalis padatan asam  $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$ , dan reaksi tanpa katalis sebagai pembanding.

Reaksi hidrolisis ini dilakukan di dalam autoklaf yang hanya berkapasitas sebesar 12,5 mL. Reaksi dilakukan dengan variasi waktu yaitu:

- 2 jam, 4 jam, dan 6 jam untuk katalis homogen
- 4 jam, 6 jam, dan 8 jam untuk katalis heterogen
- 4 jam, 6 jam, dan 8 jam untuk reaksi tanpa katalis

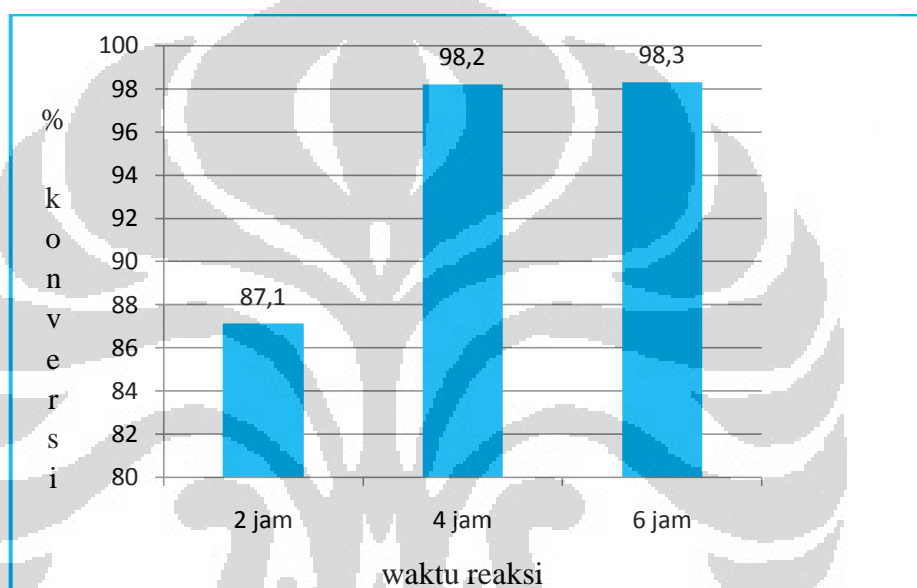
Reaktor yang digunakan adalah autoklaf. Autoklaf digunakan sebagai reaktor karena dapat mencapai suhu lebih dari 100 °C dan tekanan yang tinggi yang dibutuhkan untuk proses hidrolisis (I.C.Roberto, et al., 1994). Autoklaf yang dipanaskan dilengkapi dengan silicon oil untuk membantu pemanasan yang lebih merata, sensor suhu untuk mengetahui suhu silicon oil, gasket atau o-ring untuk menghindari adanya tekanan dari luar yang masuk ke dalam reaktor, dan juga thermocouple untuk mengetahui suhu di dalam reaktor (reaksi yang sedang berlangsung). Reaksi dilakukan pada suhu 140 °C karena pada suhu ini merupakan suhu optimum untuk mendapatkan produk hidrolisis yaitu asam levulinat. Setiap reaksi selesai dilakukan, reaktor diletakkan di dalam wadah yang berisi air untuk menghentikan reaksi. Hasil hidrolisis yang didapatkan diharapkan mengandung HMF, asam format, dan asam levulinat. Namun terdapat produk lain yaitu humin yang pembentukannya tidak dapat dihindari.





#### 4.3.1 Reaksi Hidrolisis Glukosa dengan Katalis Homogen ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Glukosa dengan berat 0,18 g dilarutkan ke dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 M kemudian dilakukan reaksi dengan variasi waktu yaitu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Hasil reaksi kemudian dikarakterisasi dengan HPLC untuk mengetahui persen konversi glukosa dalam setiap reaksi. Gambar 4.8 dan Tabel 4.5 menyajikan nilai persen konversi glukosa dan grafik persen konversi glukosa pada setiap waktu reaksi.



Gambar 4.8 Grafik Persen Konversi dengan Waktu Reaksi

Dengan memasukkan nilai luas area ke dalam persamaan linier untuk glukosa, maka akan didapat konsentrasi glukosa yang belum terhidrolisis. Persamaan linier yang didapatkan adalah

$$y = 4E+08x - 3636, \text{ dengan } y = \text{luas area}, \text{ dan } x = \text{konsentrasi}$$

$$\% \text{ konversi} = \frac{\text{konsentrasi awal glukosa} - (\text{konsentrasi glukosa} \times f)}{\text{konsentrasi awal glukosa}} \times 100\%$$

di mana,  $f$  = faktor pengenceran = 20

Tabel 4.5 Persen Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi

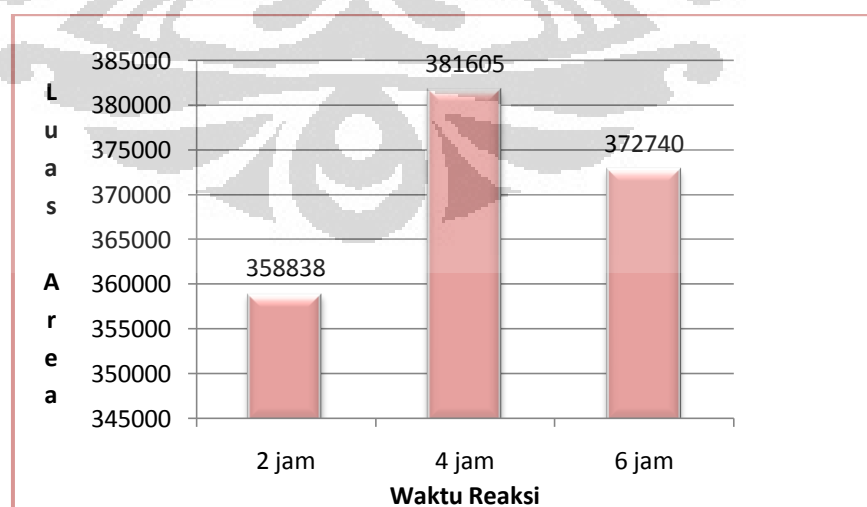
No.	Waktu Reaksi (jam)	Luas Area	% Konversi
1.	2	254704	87,1
2.	4	33194	98,2
3.	6	30827	98,3

Berdasarkan Tabel 4.5 dan Gambar 4.8 terlihat bahwa persen konversi paling tinggi adalah dalam waktu reaksi 6 jam. Pemanasan yang dilakukan terus-menerus dalam dehidrasi gula menghasilkan 5-hidroksimetilfurfural (HMF), asam levulinat, dan humin.

Data di bawah ini adalah HMF yang terbentuk yang disajikan dalam Tabel 4.6 dan Grafik 4.9.

Tabel 4.6 Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Luas Area HMF

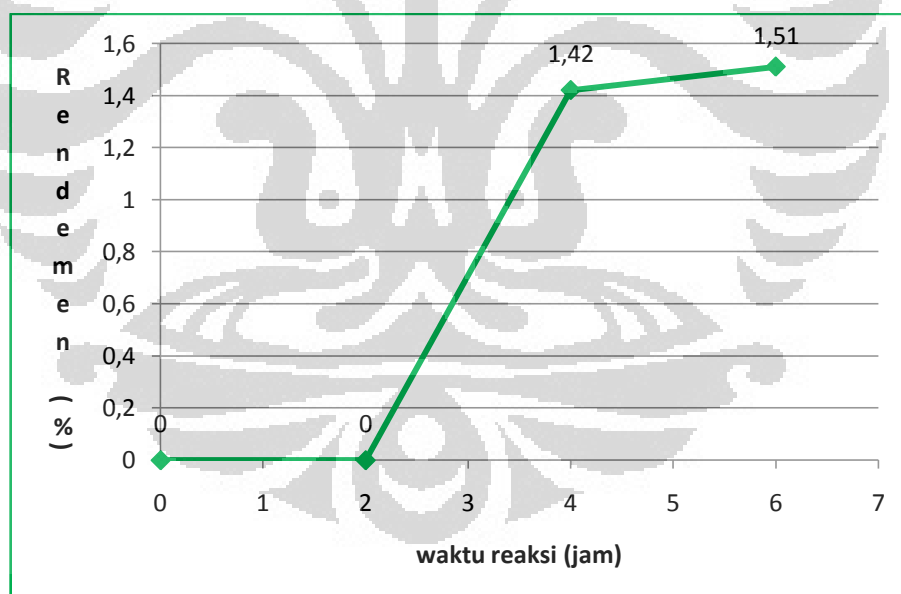
No.	Waktu Reaksi (jam)	Luas Area
1.	2	358836
2.	4	381605
3.	6	372740



Gambar 4.9 Grafik Luas Area HMF dengan Waktu Reaksi

Berdasarkan hasil pengukuran dengan HPLC, senyawa HMF sudah terbentuk pada waktu reaksi 2 jam. Dari gambar di atas terlihat bahwa luas area paling besar adalah pada waktu reaksi 4 jam. Untuk waktu reaksi 6 jam luas area senyawa HMF yang dihasilkan lebih kecil dibandingkan waktu reaksi 4 jam, tetapi lebih besar daripada waktu reaksi 2 jam. Hal ini dikarenakan senyawa HMF yang dihasilkan pada waktu reaksi 6 jam menghasilkan senyawa asam levulinat dan humin yang lebih banyak dibandingkan waktu reaksi 4 jam sehingga banyaknya HMF dalam sampel menjadi berkurang. Banyaknya HMF yang terbentuk tidak dapat diketahui karena tidak terdapat larutan standar HMF.

Seperti yang telah dijelaskan bahwa dalam reaksi hidrolisis glukosa akan dihasilkan senyawa asam levulinat sebagai produk utama dan asam format sebagai produk sampingan. Di bawah ini terdapat Tabel 4.7 dan Grafik 4.10 untuk asam format pada masing-masing waktu reaksi dalam reaksi katalisis homogen.



Gambar 4.10 Grafik Rendemen Asam format dengan Waktu Reaksi

Dari grafik di atas terlihat bahwa untuk reaksi 2 jam tidak dihasilkan asam format karena waktu reaksi yang dilakukan belum cukup untuk menghasilkan senyawa asam format.

Rendemen untuk asam format paling banyak dihasilkan pada waktu reaksi 6 jam dengan luas area yang dihasilkan sebesar 3774. Luas area yang didapatkan dimasukkan ke dalam persamaan linier untuk asam format yang didapatkan dari hasil persamaan deret standar asam format yang telah dilakukan. Persamaan yang didapatkan yaitu:

$$y = 5E+07x, \text{ di mana: } y = \text{luas area}, \text{ dan } x = \text{konsentrasi}$$

Tabel 4.7 Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Persen Rendemen Asam

Format

No.	Waktu Reaksi	Rendemen (%)
1.	2 jam	-
2.	4 jam	1,42
3.	6 jam	1,51

Dengan memasukkan nilai luas area yang didapatkan pada masing-masing reaksi, maka akan didapatkan konsentrasi asam format untuk masing-masing waktu reaksi.

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{konsentrasi asam format} \times f}{\text{Konsentrasi awal glukosa}} \times 100\%$$

Produk utama yang dihasilkan dari reaksi hidrolisis glukosa adalah asam levulinat. Dalam setiap reaksi, produk yang dihasilkan pertama adalah HMF yang merupakan intermediet atau prekursor terbentuknya senyawa asam levulinat dan asam format. Dengan membuat deret standar asam levulinat didapatkan persamaan linier untuk mengetahui rendemen yang dihasilkan pada waktu reaksi tertentu. Persamaan linier yang didapatkan yaitu:

$$y = 2E+08x - 24648 \text{ di mana: } y = \text{luas area}, x = \text{konsentrasi}$$

Tabel 4.8 Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Persen Rendemen Asam Levulinat

No.	Waktu Reaksi	Luas Area	Rendemen (%)
1.	2 jam	0	0
2.	4 jam	3747	2,84
3.	6 jam	4611	2,93

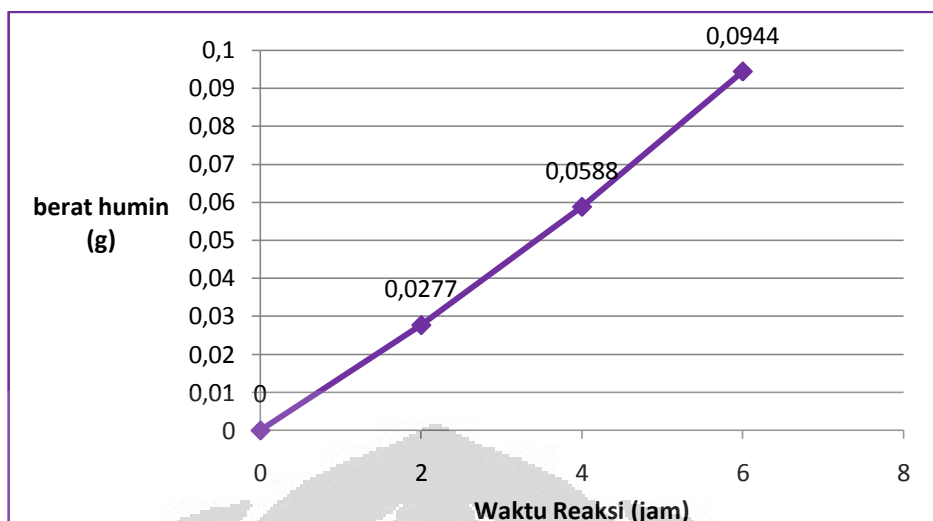
Senyawa asam levulinat terbentuk pada waktu reaksi 4 jam dengan rendemen sebanyak 2,84% dan 6 jam dengan rendemen yang dihasilkan adalah 2,93%.

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{konsentrasi asam levulinat} \times f}{\text{konsentrasi awal glukosa}} \times 100\%$$

Bila dibandingkan dengan banyaknya asam format yang terbentuk, reaksi 4 jam lebih sedikit menghasilkan asam format dibandingkan reaksi 6 jam. Begitu pula halnya dengan reaksi pembentukan asam levulinat. Semakin lama waktu reaksi yang dijalankan, HMF yang terbentuk dari hasil dehidrasi glukosa akan semakin sedikit karena telah terhidrolisis menghasilkan asam format dan asam levulinat. Namun, terdapat produk sampingan yang tidak diinginkan tetapi tidak dapat dicegah pembentukannya, yaitu humin. Humin ini terbentuk pada saat hidrolisis glukosa menjadi HMF dan hidrolisis HMF menjadi asam levulinat dan asam format. Di bawah ini merupakan Tabel 4.9 dan Gambar 4.11 yang menampilkan data untuk berat humin yang didapatkan pada masing-masing reaksi:

Tabel 4.9 Waktu Reaksi Hidrolisis dengan Berat Humin

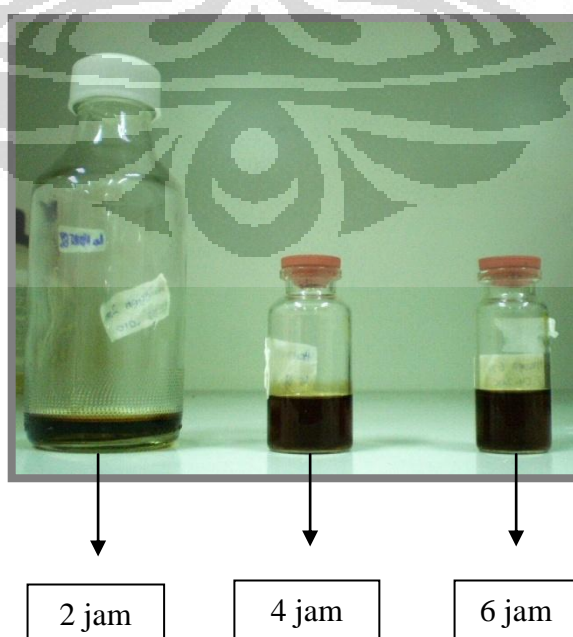
No.	Waktu Reaksi	Berat Humin (g)
1.	2 jam	0,0277
2.	4 jam	0,0588
3.	6 jam	0,0944



Gambar 4.11 Grafik Berat Humin dengan Waktu Reaksi

Bila dibandingkan dengan banyaknya glukosa yang terkonversi dan banyaknya HMF yang terbentuk di setiap waktu reaksi, terdapat hubungan yang linier dengan banyaknya humin yang dihasilkan pada masing-masing reaksi. Semakin lama waktu reaksi dilakukan, humin yang dihasilkan akan semakin banyak.

Banyaknya humin yang dihasilkan dalam reaksi hidrolisis glukosa ternyata memberi pengaruh terhadap warna akhir larutan. Semakin banyak humin yang dihasilkan, warna larutan semakin gelap. Di bawah ini merupakan warna yang dihasilkan untuk masing-masing reaksi:



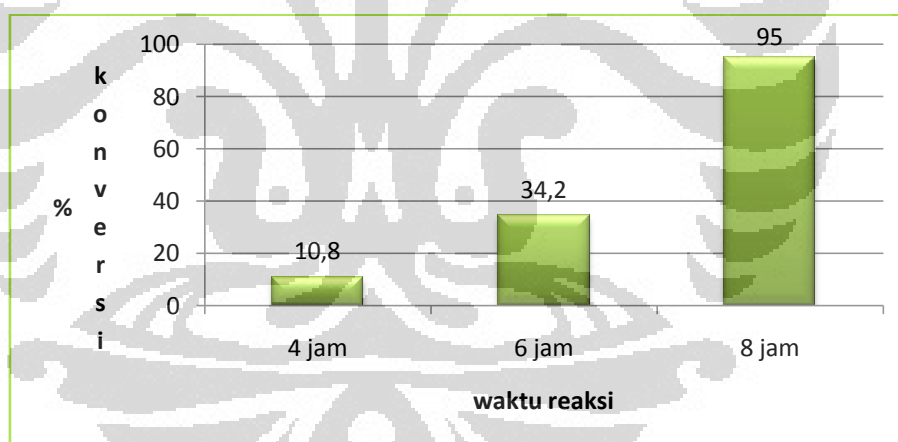
#### 4.3.2 Reaksi Hidrolisis Glukosa dengan Katalis Heterogen ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ )

Katalis heterogen yang digunakan untuk reaksi hidrolisis glukosa ini adalah katalis padatan asam gamma alumina tersulfat ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) yang telah disintesis sebelumnya.

Glukosa sebanyak 0,18 g dilarutkan ke dalam air 10 mL dan ditambahkan katalis sebanyak 5% dari berat glukosa. Di bawah ini merupakan data persen konversi glukosa yang terhidrolisis terhadap berat katalis:

Tabel 4.10 Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu reaksi	Luas area	Konversi (%)
1.	4 jam	1779548	10,8
2.	6 jam	1313429	34,2
3.	8 jam	96749	95



Gambar 4.12 Persen Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi

Kenaikan persen konversi glukosa terhadap waktu reaksi yang semakin lama diiringi dengan semakin meningkatnya luas area yang dihasilkan untuk senyawa HMF. Data luas area HMF terhadap waktu reaksi dinyatakan dalam Tabel 4.11.

Tabel 4.11 Luas Area HMF dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu Reaksi	Luas Area
1.	4 jam	31215
2.	6 jam	133817
3.	8 jam	30526

Dari hasil hidrolisis glukosa dengan katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  tidak terbentuk asam levulinat di semua waktu reaksi, namun terdapat asam format yang terbentuk untuk waktu reaksi 8 jam.

Tabel 4.12 Luas Area Asam Format dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu reaksi	Rendemen (%)
1.	4 jam	-
2.	6 jam	-
3.	8 jam	0,65

Dari setiap hasil reaksi yang dilakukan akan terlihat endapan coklat kehitaman yaitu humin. Banyaknya humin semakin bertambah dengan semakin lamanya waktu reaksi yang dilakukan. Di bawah ini merupakan data berat humin yang didapatkan yang ditampilkan dalam Tabel 4.13.

Tabel 4.13 Berat Humin dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu reaksi	Berat humin (g)
1.	4 jam	0,0375
2.	6 jam	0,0574
3.	8 jam	0,1118

Dalam penelitian ini, tidak didapatkan asam levulinat di setiap waktu reaksi untuk reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ . Walaupun glukosa yang terkonversi sudah 95 % tetapi tidak ada asam levulinat yang



dihasilkan untuk waktu reaksi 8 jam. Bila dibandingkan dengan reaksi hidrolisis dengan katalis homogen, asam levulinat sudah terbentuk pada waktu reaksi 6 jam. Dengan waktu yang lebih lama dari 6 jam diharapkan asam levulinat sudah terbentuk dalam reaksi hidrolisis dengan katalis heterogen.

Hal ini dimungkinkan asam levulinat yang terbentuk terperangkap di dalam pori-pori katalis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  sehingga ketika dilakukan analisis dengan HPLC tidak terdeteksi adanya asam levulinat dalam waktu reaksi 8 jam. (Girisuta, Buana, 2007). Di bawah ini merupakan gambar warna sampel hasil reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis heterogen.



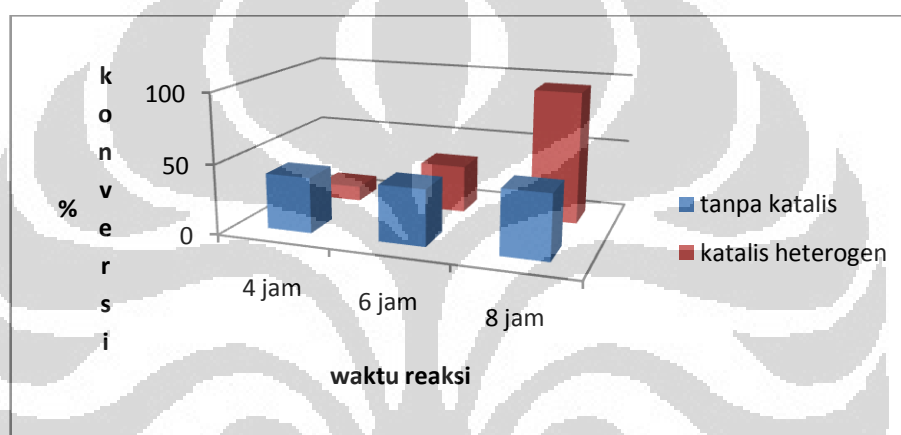
#### 4.3.3 Reaksi Hidrolisis Glukosa Tanpa Katalis

Untuk mengetahui apakah katalis yang telah disintesis bekerja dengan baik dalam proses hidrolisis glukosa, maka dilakukan perbandingan yaitu reaksi hidrolisis glukosa tanpa katalis. Reaksi hidrolisis tanpa katalis ini dilakukan dengan melarutkan glukosa 0,18 g ke dalam 10 mL air kemudian direaksikan dengan variasi waktu 4 jam, 6 jam, dan 8 jam. Berikut ini merupakan data

konversi glukosa untuk reaksi tanpa katalis yang disajikan dalam Tabel 4.14 dan Gambar 4.13.

Tabel 4.14 Konversi Glukosa dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu Reaksi	Luas Area	Konversi (%)
1.	4 jam	1199393	39,85
2.	6 jam	1194366	40,1
3.	8 jam	1077302	45,9



Gambar 4.13 Perbandingan Persen Konversi Glukosa Reaksi Tanpa Katalis dengan Reaksi Katalis Heterogen

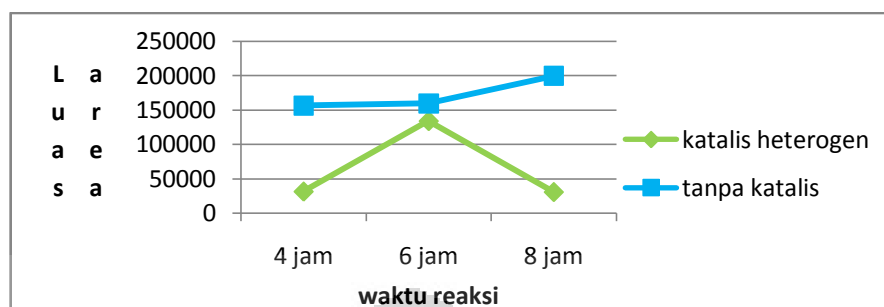
Untuk reaksi tanpa katalis juga dihasilkan senyawa HMF. Di bawah ini ditampilkan data luas area HMF dengan waktu reaksi dalam Tabel 4.15.

Tabel 4.15 Luas Area HMF dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu reaksi	Luas Area
1.	4 jam	156246
2.	6 jam	159468
3.	8 jam	199278

Luas area yang dihasilkan untuk masing-masing waktu reaksi tidak terlalu berbeda signifikan. Hal ini didukung oleh data yang ditampilkan untuk konversi

glukosa di mana kenaikan persen konversi glukosa hanya berbeda sedikit seiring dengan kenaikan waktu reaksi.

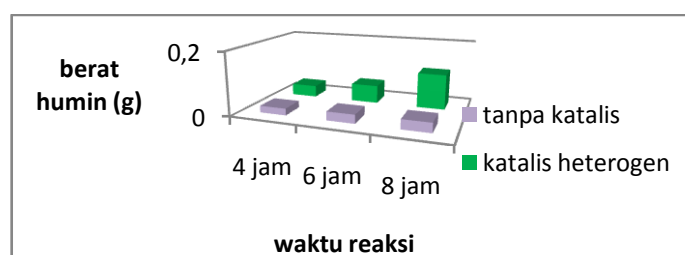


Gambar 4.14 Perbandingan Luas Area HMF Pada Reaksi Katalis Heterogen dan Reaksi Tanpa Katalis

Dalam reaksi tanpa katalis, luas area HMF akan semakin besar seiring dengan lamanya waktu reaksi. Namun, untuk reaksi dengan katalis heterogen luas area HMF paling besar pada waktu reaksi 6 jam dan menurun untuk waktu reaksi 8 jam. Hal ini dikarenakan untuk waktu reaksi 8 jam HMF yang dihasilkan terkonversi menjadi asam format dan menghasilkan humin yang lebih banyak dibandingkan waktu reaksi 6 jam, sehingga HMF yang dihasilkan akan berkurang. Berikut ini merupakan data untuk banyaknya humin yang dihasilkan masing-masing waktu reaksi:

Tabel 4.16 Berat Humin dengan Waktu Reaksi

No.	Waktu reaksi	Berat Humin (g)
1.	4 jam	0,0214
2.	6 jam	0,0277
3.	8 jam	0,0303

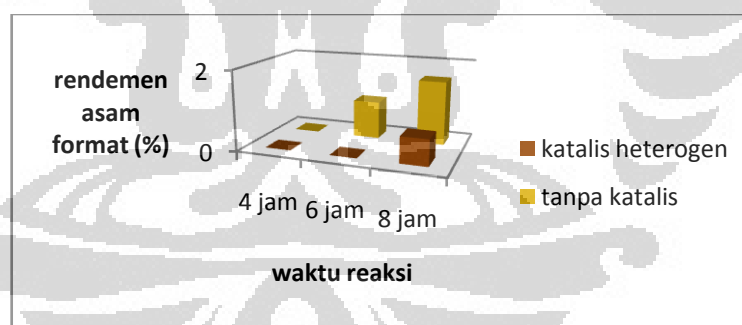


Gambar 4.15 Grafik Perbandingan Banyaknya Humin Hasil Reaksi Katalis Heterogen dan Tanpa Katalis

Bila dibandingkan dengan banyaknya humin antara reaksi katalis heterogen dengan reaksi tanpa katalis terlihat bahwa terdapat perbedaan yang signifikan untuk masing-masing reaksi dan waktu reaksi. Perbedaan yang signifikan ini dijelaskan dari banyaknya glukosa yang terkonversi. Makin banyak glukosa yang terkonversi, humin yang terbentuk akan semakin banyak. Walaupun glukosa yang terkonversi lebih banyak pada reaksi hidrolisis dengan katalis heterogen dibandingkan reaksi hidrolisis tanpa katalis, namun banyaknya asam format lebih banyak pada reaksi hidrolisis tanpa katalis dengan waktu reaksi yang sama yaitu 8 jam. Tabel 4.17 menyajikan data rendemen asam format yang didapatkan untuk setiap waktu reaksi.

Tabel 4.17 Rendemen Asam Format dengan waktu reaksi

No.	Waktu reaksi	Rendemen (%)
1.	4 jam	-
2.	6 jam	0,95
3.	8 jam	1,6



Gambar 4.16 Grafik Perbandingan Rendemen Asam Format Antara Reaksi Katalis Heterogen dengan Reaksi Tanpa Katalis

Berdasarkan data yang diberikan bagi reaksi hidrolisis dengan katalis heterogen dan tanpa katalis, tidak ditemukan adanya peak yang menunjukkan terbentuknya asam levulinat.

Dalam reaksi hidrolisis dengan katalis heterogen asam levulinat yang kemungkinan sudah terbentuk teradsorpsi pada permukaan katalis sehingga asam levulinat tidak terdeteksi pada analisis dengan HPLC. (Girisuta, Buana, 2007).

**Universitas Indonesia**

Ukuran molekul asam format yang lebih kecil menyebabkan asam format lebih mudah lepas dari pori-pori katalis. Bila dibandingkan dengan reaksi tanpa katalis, asam levulinat yang terbentuk kemungkinan terdekomposisi sehingga tidak didapatkan peak untuk asam levulinat.

Pada reaksi hidrolisis dengan katalis heterogen didapatkan persen rendemen asam format yang kecil dibandingkan kedua reaksi lainnya. Hal ini disebabkan reaksi hidrolisis glukosa menjadi HMF kurang disukai sehingga humin yang dihasilkan lebih banyak pula dan produk yang diharapkan yaitu asam levulinat menjadi kurang optimum terbentuk dalam reaksi ini. Difusi glukosa ke dalam pori-pori katalis padatan asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  merintangangi proses hidrolisis dan memberikan efek negatif bagi selektivitas dan aktivitas katalis. (Girisuta, Buana, 2007). Di bawah ini diberikan perbedaan banyaknya humin yang dihasilkan di setiap reaksi hidrolisis:



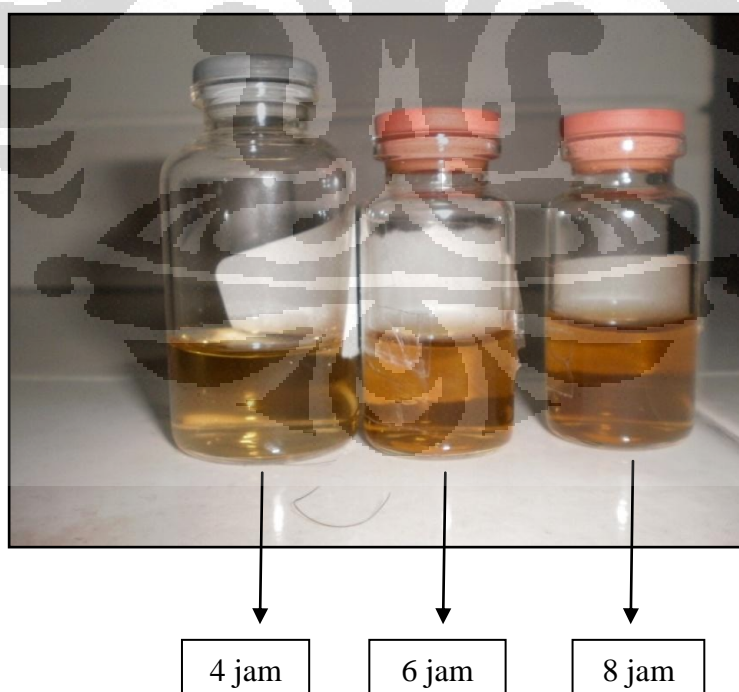
Gambar 4.17 Gambar Humin Hasil Reaksi Katalis Homogen, Katalis Heterogen, dan Tanpa Katalis

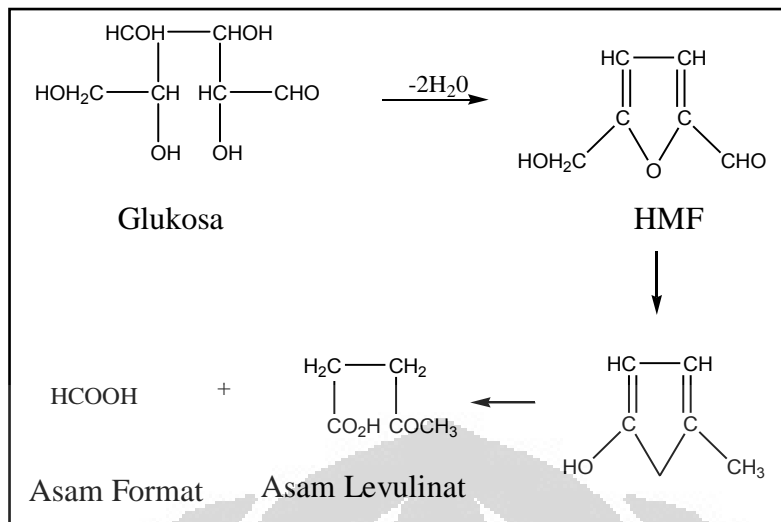
#### 4.4 Mekanisme Reaksi

Reaksi hidrolisis glukosa menjadi asam levulinat dan asam format berlangsung dengan menggunakan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) sebagai katalis. Dalam proses hidrolisis di setiap katalis baik homogen maupun heterogen, glukosa bertautomerisasi (keto-enol) membentuk fruktosa. Hal ini didasarkan pada laju pembentukan HMF yang lebih cepat oleh dehidrasi fruktosa. Hal ini dikarenakan mudahnya pemutusan cincin furan dari fruktosa dibandingkan cincin piranosa dari glukosa. (Lourvanij, Khavinet & Gregory L Rorrer, 1997.)

Pemutusan dan rehidrasi HMF akan menghasilkan senyawa asam levulinat dan asam format. Namun dalam menghasilkan kedua senyawa tersebut akan dihasilkan humin sehingga banyaknya asam levulinat dan asam format yang terbentuk akan berbeda. Dalam reaksi hidrolisis dengan katalis heterogen, humin juga akan dihasilkan ketika asam levulinat dan asam format sudah terbentuk. Namun, banyaknya humin yang dihasilkan akan lebih sedikit dihasilkan oleh asam format dibandingkan asam levulinat, sehingga banyaknya humin yang dihasilkan dapat diabaikan (Lourvanij, Khavinet & Gregory L. Rorrer, 1997). Mengenai mekanisme reaksi untuk reaksi hidrolisis glukosa senyawa asam levulinat belum diketahui secara jelas (Chun Chang, et.al., 2006). Skema konversi glukosa menjadi senyawa asam levulinat dapat dilihat pada Gambar 4.18.

Di bawah ini merupakan gambar hasil hidrolisis glukosa tanpa menggunakan katalis. Terdapat perbedaan warna yang jelas dibandingkan dengan reaksi menggunakan katalis homogen dan katalis heterogen. Hal ini disebabkan humin yang dihasilkan pada reaksi hidrolisis tanpa katalis lebih sedikit sehingga warnanya terlihat lebih terang.





Gambar 4.18 Reaksi Konversi Glukosa Menjadi Asam Levulinat  
(Fischer&Fischer, 1967)

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian reaksi hidrolisis glukosa untuk menghasilkan senyawa asam levulinat dengan menggunakan katalis homogen ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dan katalis heterogen ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) dapat disimpulkan bahwa:

1. Katalis heterogen padatan asam ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ ) kurang baik digunakan dalam reaksi hidrolisis glukosa menjadi asam levulinat.
2. Asam levulinat terbentuk pada reaksi hidrolisis glukosa dengan katalis homogen pada waktu reaksi 4 jam dan 6 jam dengan rendemen yang dihasilkan adalah 2,82% dan 2,93%.
3. Humin merupakan produk sampingan yang tidak dapat dicegah pembentukannya sehingga mengurangi banyaknya hidroksimetilfurfural (HMF) yang terbentuk dan asam levulinat sebagai produk yang diinginkan.

#### 5.2 Saran

1. Mencari metode karakterisasi untuk sulfat yang terimpregnasi pada katalis asam  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$  sehingga dapat diyakinkan bahwa sulfat masih terdapat pada katalis setelah dilakukan kalsinasi.
2. Menguji atau mengkarakterisasi katalis yang dipakai dalam reaksi hidrolisis sehingga dapat diketahui apakah asam levulinat teradsorpsi atau memang belum terbentuk.
3. Mencari metode untuk meminimalkan jumlah humin yang dihasilkan.



## DAFTAR PUSTAKA

- Al-Abadleh, A. Hind, V. H. Grassian. (2003). *FT-IR Study of Water Adsorption on Aluminum Oxide Surfaces*. *Langmuir*, 19, 341-347.
- Alvarez, Milena. (2009). *Evaluation of Sulfated Aluminas Synthesized via the Sol Gel Method in the Esterification of Oleic Acid with Ethanol*. Mexico: Universidad Autonoma.
- Atkins, P.W. (1997). *Kimia Fisik Jilid 2, edisi keempat*. Jakarta: Erlangga.
- Chun Chang, et.al. (2006). *Kinetics of Levulinic Acid Formation from Glucose Decomposition at High Temperature*. China: Natural Science Foundation of Henan Educational Committee.
- Di Serio, Martino, et.al. (2007). *Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production*. Italy: University di Napoli.
- Fessenden&Fessenden. (1992). *Kimia Organik jilid 2 edisi 3*. Jakarta:Erlangga.
- Fischer&Fischer. (1967). *Reagent for Organic Synthesis*. New York: Harvard University.
- Girisuta, B., L. P. B. M. Janssen, H.J. Heeres. (2007). *A Kinetic Study on the Conversion of Glucose to Levulinic Acid*. *Chem. Eng. Res. Dev*, 46, 1701.
- Girisuta,Buana. (2007). *Levulinic Acid from Lignocellulosic Biomass*. Netherlands: University of Groningen.
- Guzman-Castillo, et.al. (2003). *Active Sulfated Alumina Catalyst Obtained by Hydrothermal Treatment*, *J.Catal.*, 220, 317-325.
- Hura, Calvin. (2007). *Sintesis Biodiesel (Metil Ester) Melalui Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Menggunakan Katalis Heterogen Gamma  $Al_2O_3$  dengan Impregnasi KOH dan  $K_2CO_3$* . Depok: Universitas Indonesia.
- I.C.Roberto. (1994). *Evaluation of Rice Straw Hemicellulose Hydrolisate in Production of Xylitol by Candida Guiliermonaii*. Brazil: University of Sao Paulo.

- K.Tanabe, et.al. (1981). *Solid Acid and Base Catalyst, Catalyst Science and Technology*, Vol.2. New York.
- Kiss, Anton A., Alexandre C.Dimian, Gadi Rothenberg. (2006). *Solid Acid Catalysts for biodiesel Production-Towards Sustainable Energy*. Netherland: University of Amsterdam.
- Kiss, Anton A., A.C. Dimian, G.Rothenberg.(2007). *Biodiesel by Catalytic Reactive Distillation by Metal Oxides*. Holland: University of Amsterdam.
- Lourvanij, Khavinet & Gregory L. Rorrer. (1997). *Reaction Rates for the Partial Dehydration of Glucose to Organic Acid n Solid-Acid, Molecular-Sieving Catalyst Powders*. USA: Oregon State University.
- Maczura, G., K.P. Goodboy, J.J. Koenig. (1978). *Encyclopedia of Chemical Technology, vol.2*.
- Mekhemer, A.H.,Gamal. (2005). *Sulfated alumina Catalyst: Consequence of Sulfate Content and Source*. Department of Chemistry, Minia University: Egypt.
- Santos, P. Souza, et.al. (2000). *Standard Transition Aluminas, Electron Microscopy Studies*. Brazil: Universidade de Sao Paulo.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1992). *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Liberty Yokyakarta.
- Satterfield, C. N. (1991). *Chemistry and Catalyst in Industrial Practice*. New York: Mc Graw Hill.
- Simpson, Andre J. Et.al. (2007). *Unraveling the Structural Components of Soil Humin by Use of Solution-State Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy*. Kanada: University of Toronto
- Sohlberg, Karl, Sokrates T. Pantelides, Stephen J. Pennycook. (2001). *Surface Reconstruction and The Difference in Surface Acidity between  $\gamma$ - and  $\eta$  Alumina*. Tennessee: Vanderbilt University.

Sunardi. (2006). *Penuntun Praktikum Kimia Analisa Instrumentasi*. Depok:

Departemen Kimia FMIPA UI.

Timokhin, B.V, V.A. Baransky, G.D. Eliseeva. (1999). *Levulinic acid in organic synthesis*. Russia: Irkutsk State University.

Uslu, Hasan, et.al. (2009). *Reactive Extraction of Levulinic Acid by Amberlite LA- 2 Extractant*. 54, 712.

Wibowo, Widayanti. (2004). *Hand Out Kuliah Kapita Selekta Kimia Fisik*

*III:Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: Departemen Kimia,

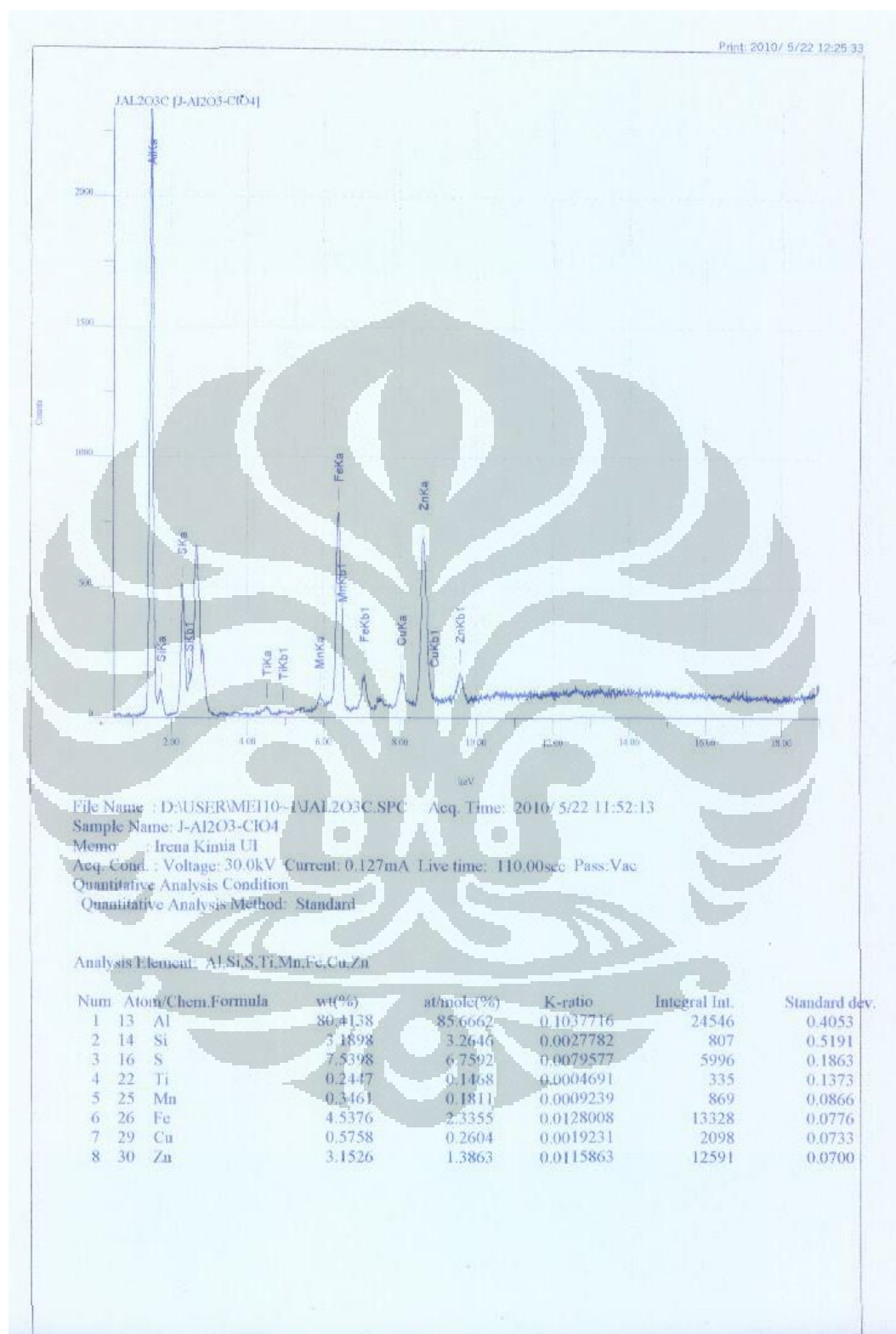
FMIPA, Universitas Indonesia.

Asam Format <http://www.kemira.com/en/solutionsproducts/Pages/formicacid.aspx>

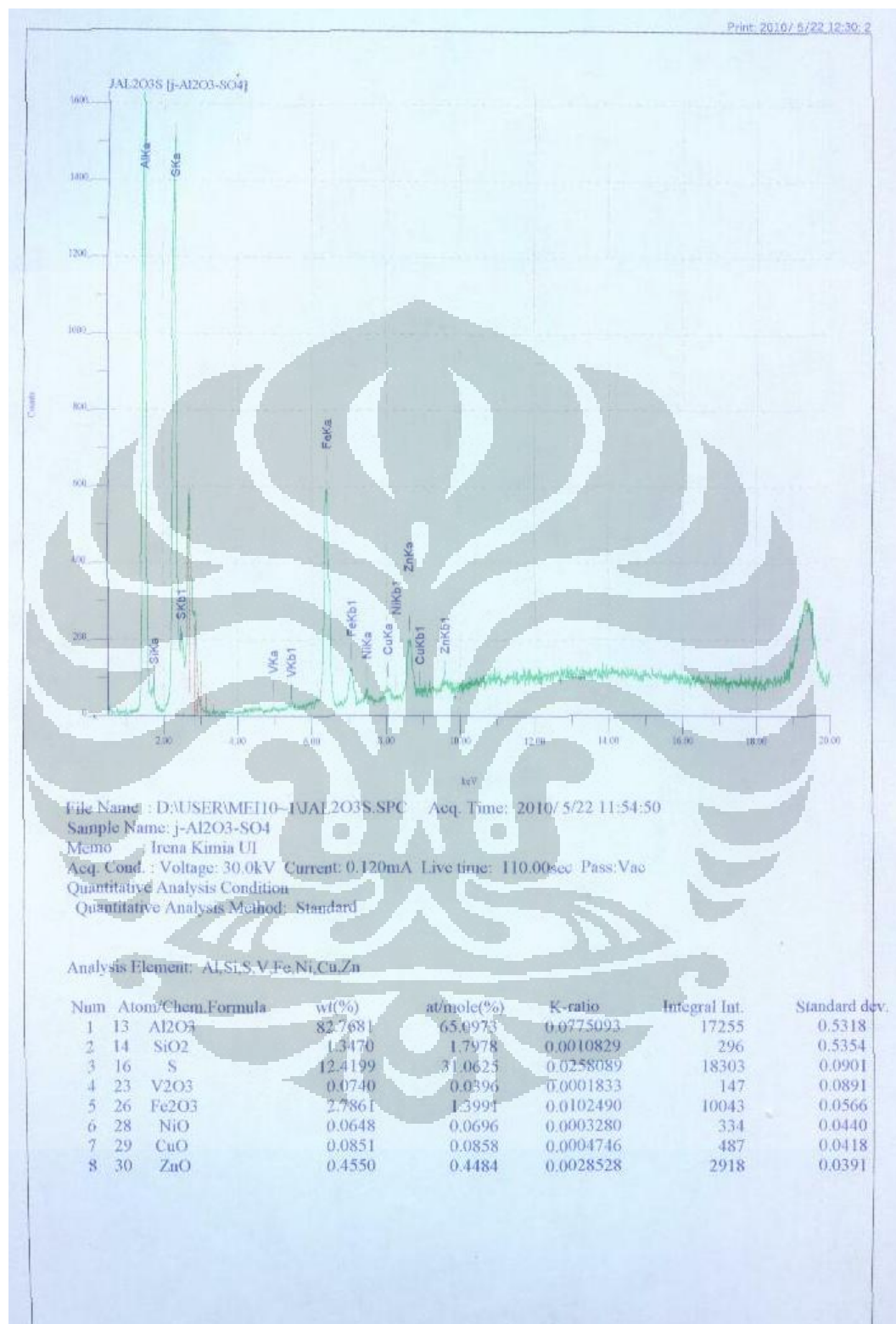
Anonim. 2008. XRF. <http://www.rigaku.com/xrf/about-tech>. 24 mei 2008, pukul 11.25.WIB.

Difraksi Sinar-X. 2007. <http://digilib.unnes.ac.id/gsd/cgi-bin>. 27 Juni 2010, pukul 11.00 WIB.

### Lampiran 6 Data Hasil XRF $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

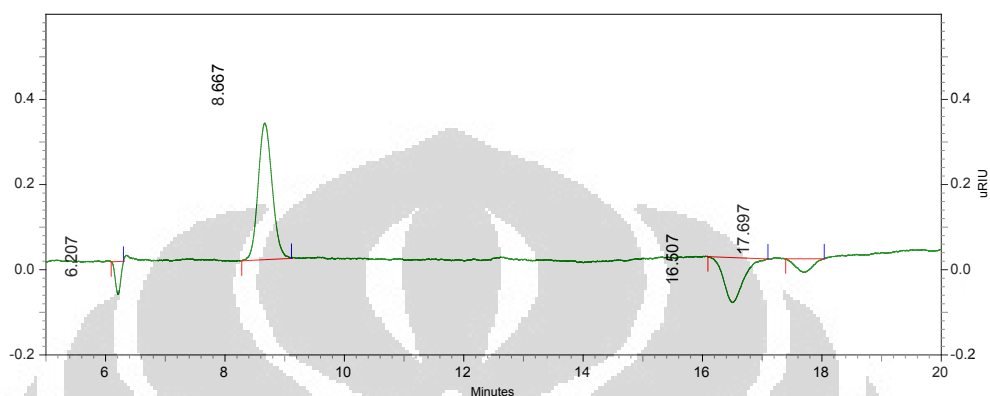


(lanjutan)



## Lampiran 8 Kromatogram HPLC Standar Glukosa

Sample ID : **std.glu:1x10-4M.2**  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpneit\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.10-4M.2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpneit\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.20.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpneit\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 2:41:17 PM



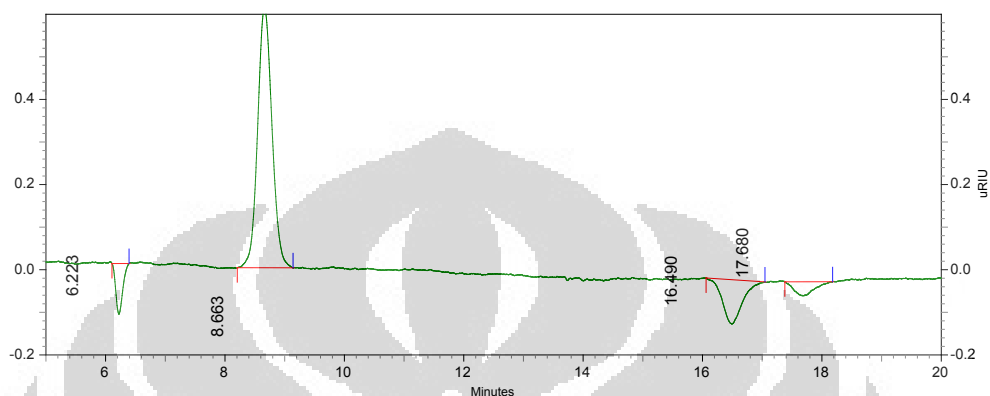
RI

Results

PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.207	3714	618	0.000000	
2		8.667	41947	2563	0.000000	
3		16.507	18526	844	0.000000	
4		17.697	4877	257	0.000000	

(lanjutan)

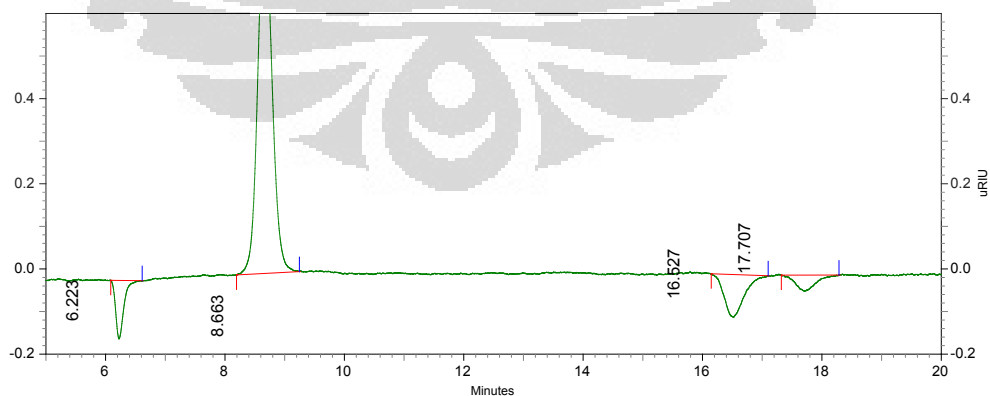
Sample ID : std.glu:2x10-4M.2  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.2x10-4M.2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 3:02:32 PM



RI Results

PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		0.693	1569	94	0.000000	
2		6.223	7325	950	0.000000	
3		8.663	81648	4889	0.000000	
4		16.490	18454	831	0.000000	
5		17.680	6068	263	0.000000	

Sample ID : std.glu:3x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.3x10-4M.20090907.20.met  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.20.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 3:23:47 PM

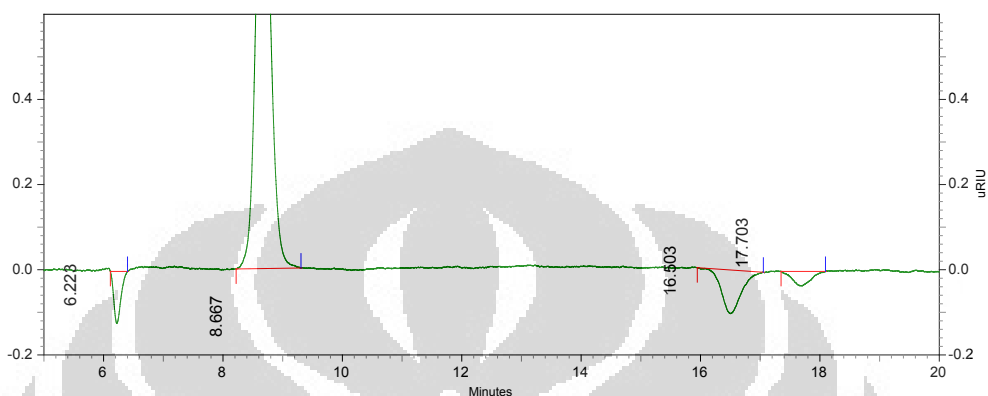


RI Results

PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		0.653	2517	119	0.000000	
2		6.223	9834	1097	0.000000	
3		8.663	112799	6778	0.000000	
4		16.527	17917	799	0.000000	
5		17.707	6926	300	0.000000	

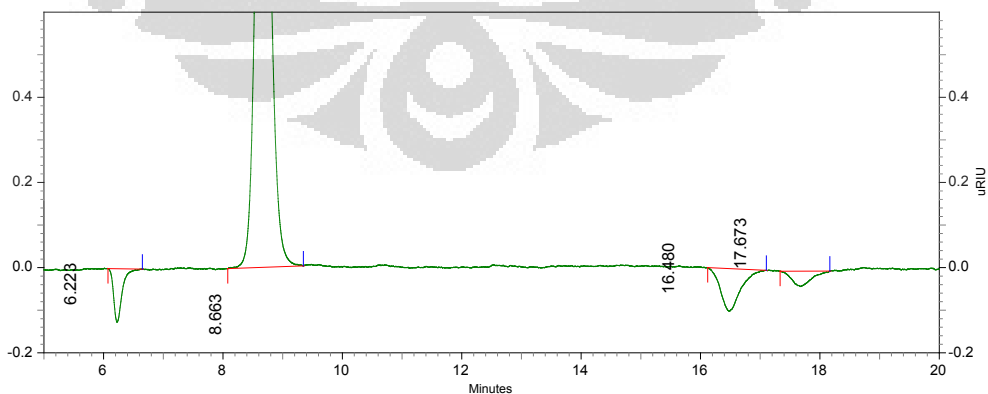
(lanjutan)

Sample ID : std.glu:4x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.4x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 3:45:01 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.223	7704	973	0.000000	
2		8.667	154645	9278	0.000000	
3		16.503	18319	819	0.000000	
4		17.703	5690	271	0.000000	

Sample ID : std.glu:5x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.5x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 4:06:16 PM

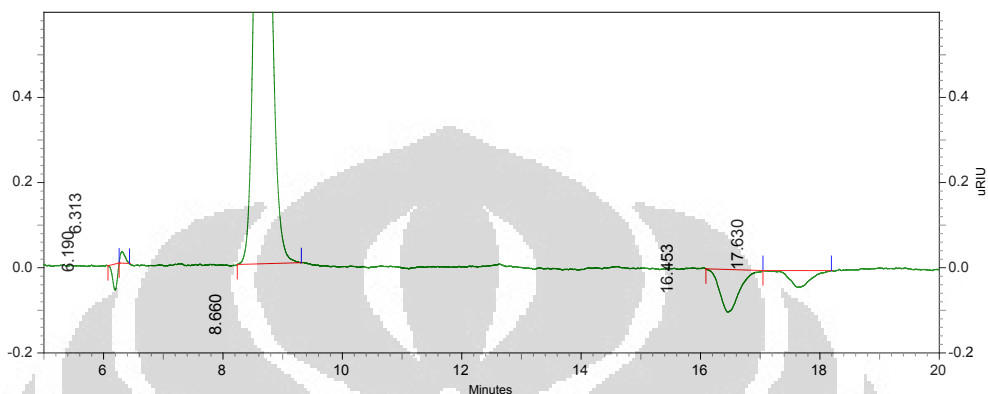


PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.223	9383	1005	0.000000	
2		8.663	203230	12108	0.000000	
3		16.480	17871	799	0.000000	
4		17.673	6324	288	0.000000	



(lanjutan)

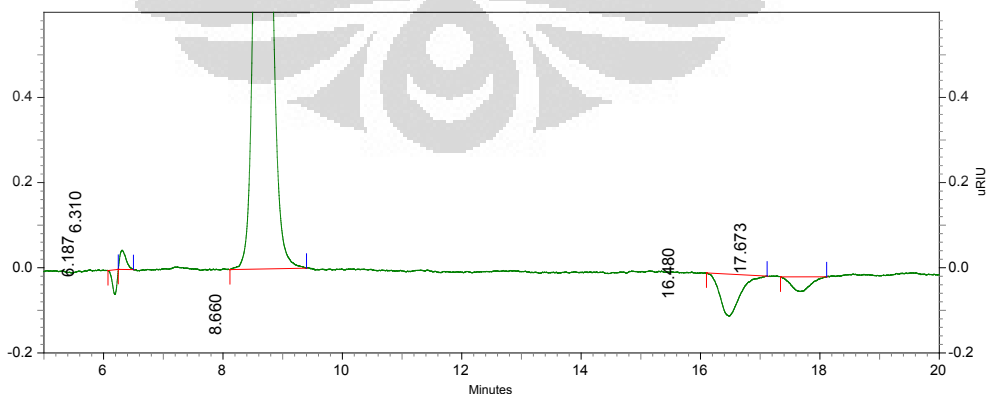
Sample ID : std.glu:6x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.6x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 4:27:30 PM



## RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.190	2582	486	0.000000	
2		6.313	1194	213	0.000000	
3		8.660	242728	14628	0.000000	
4		16.453	17638	799	0.000000	
5		17.630	7643	316	0.000000	

Sample ID : std.glu:7x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_glukosa\glu.7x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/6/2010 4:48:44 PM

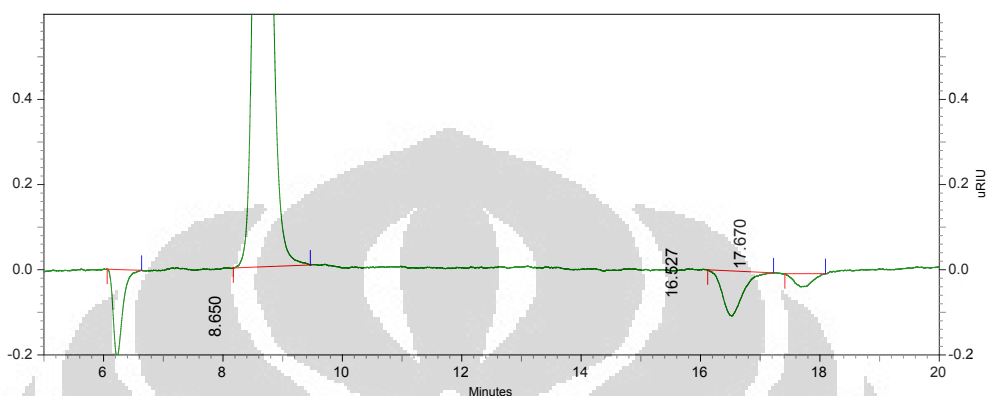


## RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.187	2333	462	0.000000	
2		6.310	2575	359	0.000000	
3		8.660	289960	17231	0.000000	
4		16.480	17766	790	0.000000	
5		17.673	6075	274	0.000000	

(lanjutan)

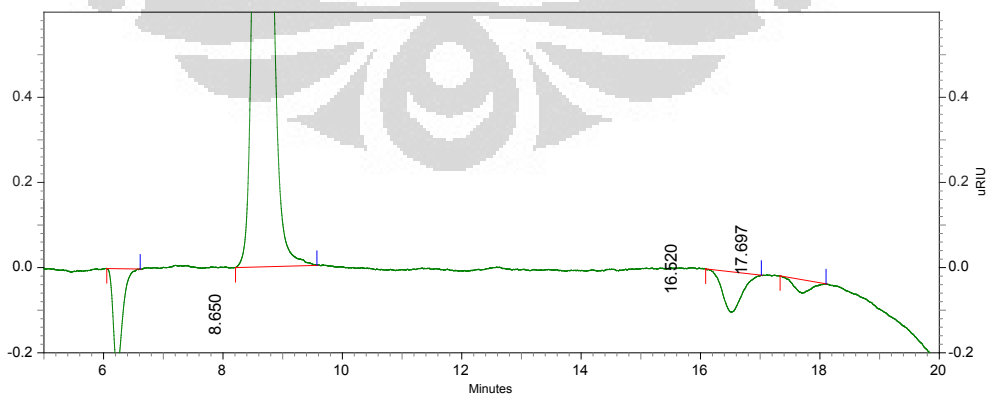
Sample ID : glu:8x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\glu.8x10-4M004.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\std\_glukosa3.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/8/2010 10:26:54 AM



## RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.227	17252	1647	0.000000	
2		8.650	326336	19214	0.000000	
3		16.527	19491	845	0.000000	
4		17.670	5194	245	0.000000	

Sample ID : glu:9x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\glu.9x10-4M001.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\std\_glukosa3.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/8/2010 10:48:08 AM

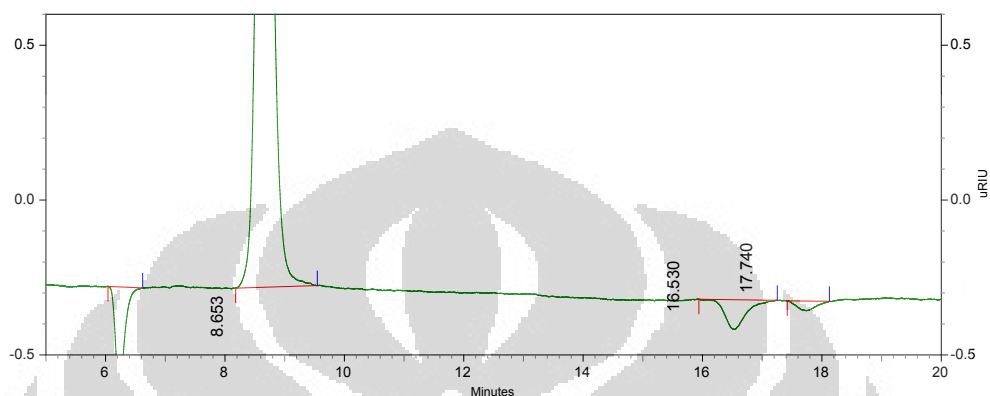


## RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.227	19620	1894	0.000000	
2		8.650	368031	21570	0.000000	
3		16.520	16849	757	0.000000	
4		17.697	5103	252	0.000000	

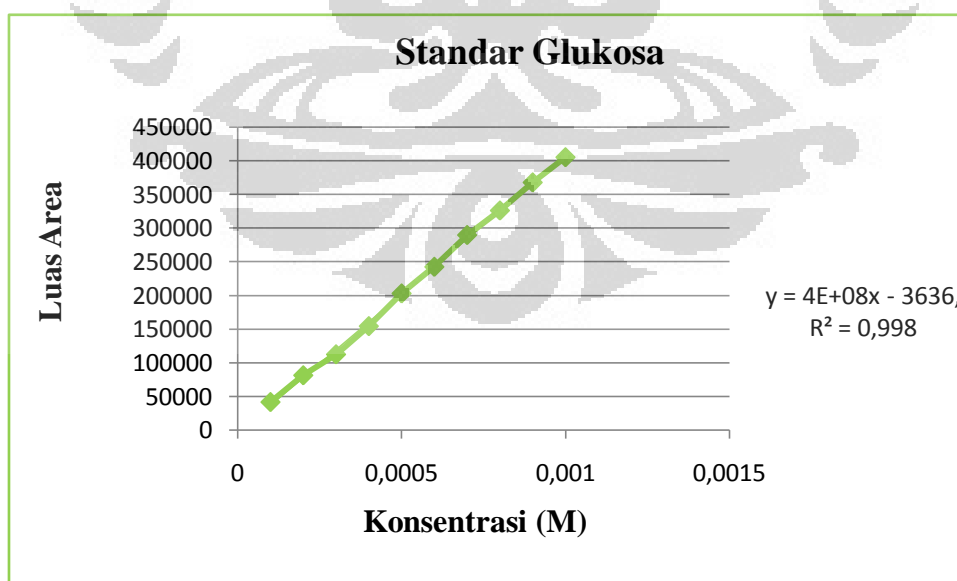
(lanjutan)

Sample ID : glu:10-3M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\glu.10-3M002.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hp87h\hp87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\vania (mhs  
 ui)\std\_fruktosa.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/8/2010 11:09:22 AM



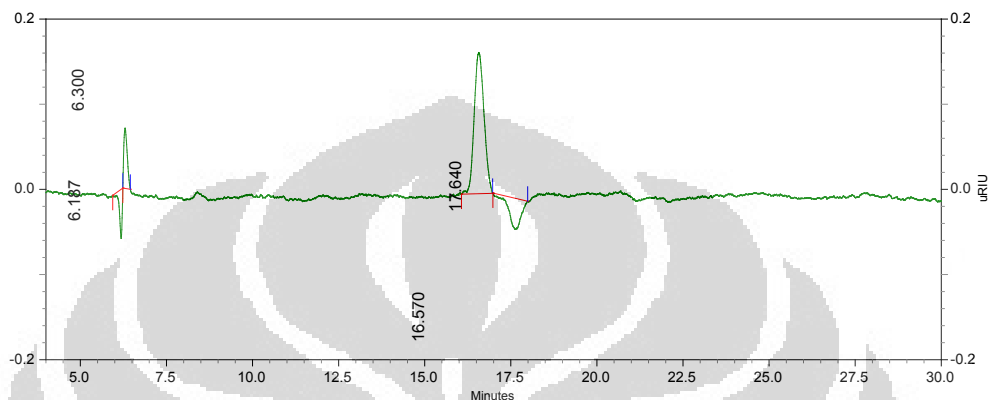
## RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.230	27404	2615	0.000000	
2		8.653	405463	23741	0.000000	
3		16.530	18499	764	0.000000	
4		17.740	5394	247	0.000000	



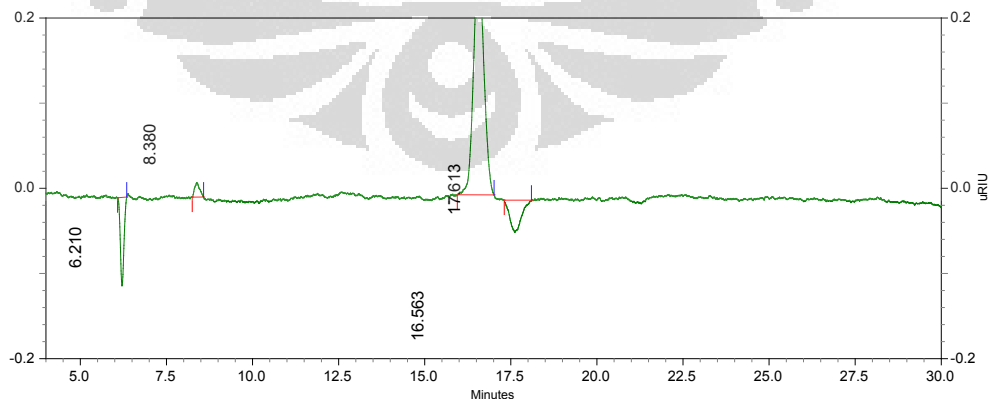
## Lampiran 9 Kromatogram HPLC Standar Asam Levulinat

Sample ID : std.levu:2x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.2x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 3:18:13 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.187	2444	462	0.000000	
2		6.300	3930	566	0.000000	
3		16.570	26457	1326	0.000000	
4		17.640	6974	291	0.000000	

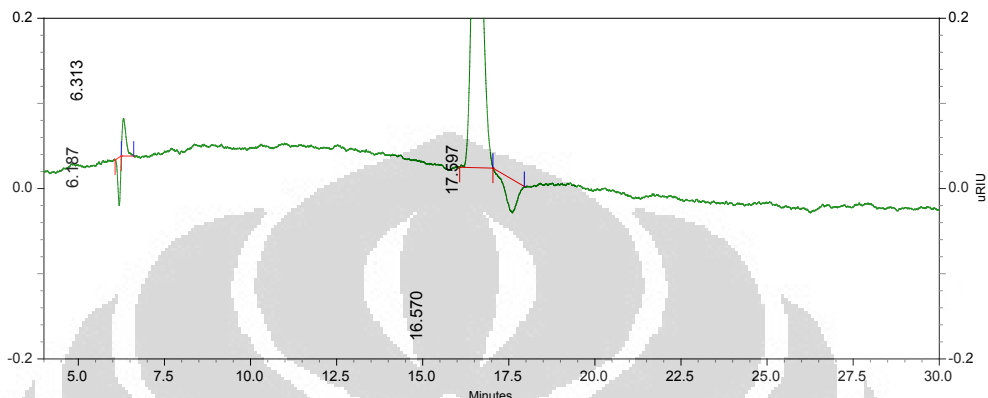
Sample ID : std.levu:3x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.3x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 4:20:41 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.210	5777	830	0.000000	
2		8.380	1373	136	0.000000	
3		16.563	45632	2156	0.000000	
4		17.613	6796	302	0.000000	

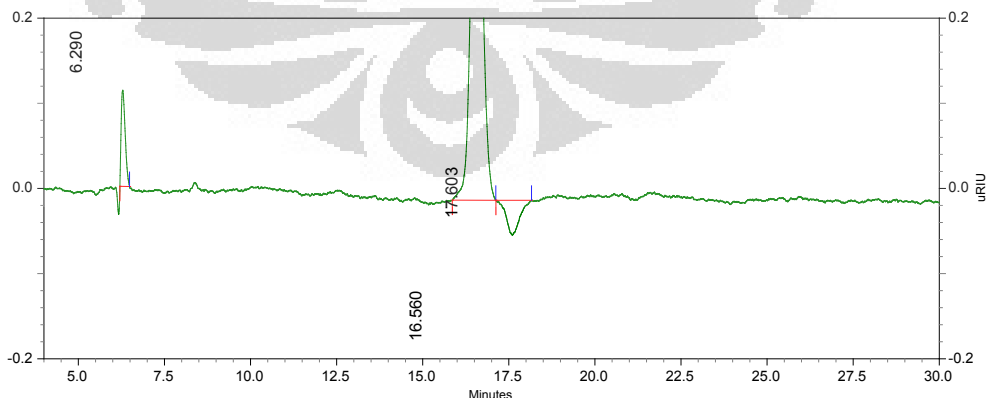
(lanjutan)

Sample ID : std.levu:4x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.4x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 5:23:12 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.187	2248	454	0.000000	
2		6.313	2730	352	0.000000	
3		16.570	72516	3410	0.000000	
4		17.597	7511	315	0.000000	

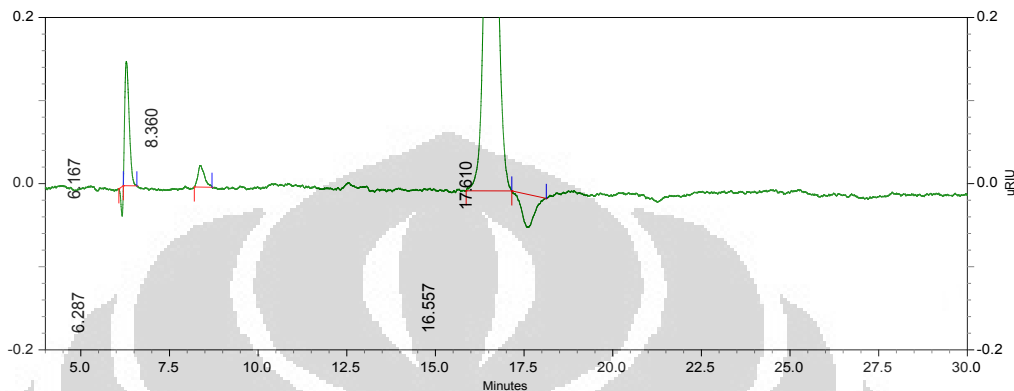
Sample ID : std.levu:5x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.5x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 6:25:40 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.290	7360	903	0.000000	
2		16.560	98666	4349	0.000000	
3		17.603	8416	330	0.000000	

(lanjutan)

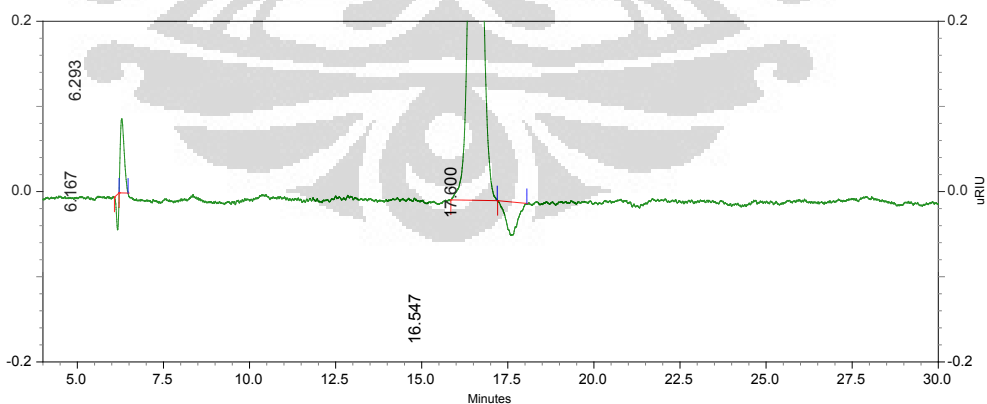
Sample ID : std.levu:6x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.6x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 7:28:06 PM



RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.167	1060	284	0.000000	
2		6.287	10402	1196	0.000000	
3		8.360	2686	207	0.000000	
4		16.557	124121	5387	0.000000	
5		17.610	7893	317	0.000000	

Sample ID : std.levu:7x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.7x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 8:30:34 PM

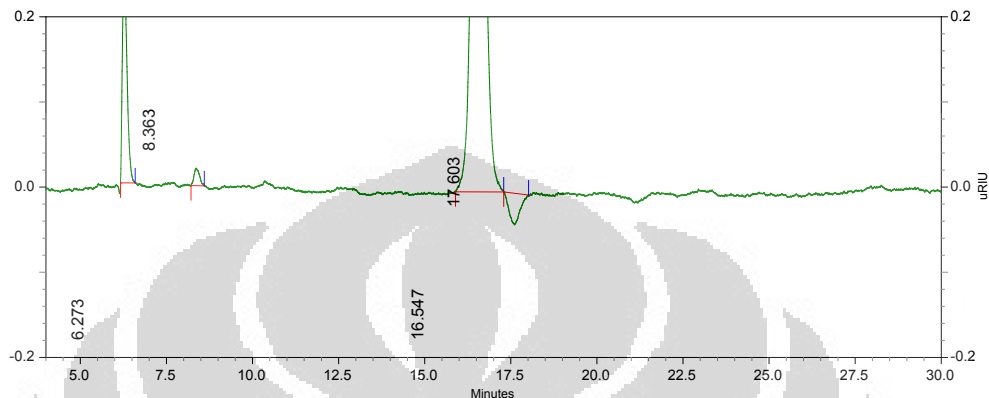


RI Results

Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.167	1366	333	0.000000	
2		6.293	5492	695	0.000000	
3		16.547	146957	6303	0.000000	
4		17.600	7460	315	0.000000	

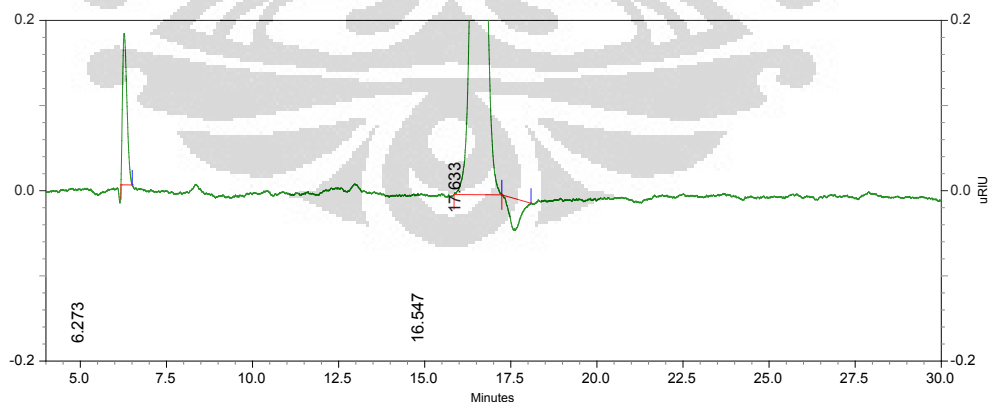
(lanjutan)

Sample ID : std.levu:8x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.8x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 9:33:01 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.273	18848	2010	0.000000	
2		8.363	1811	164	0.000000	
3		16.547	175270	7412	0.000000	
4		17.603	6263	296	0.000000	

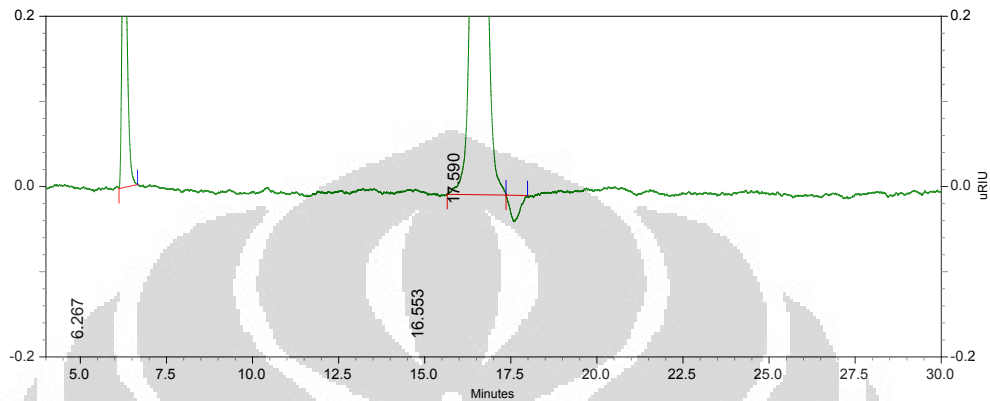
Sample ID : std.levu:9x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.9x10-4M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 10:35:24 PM



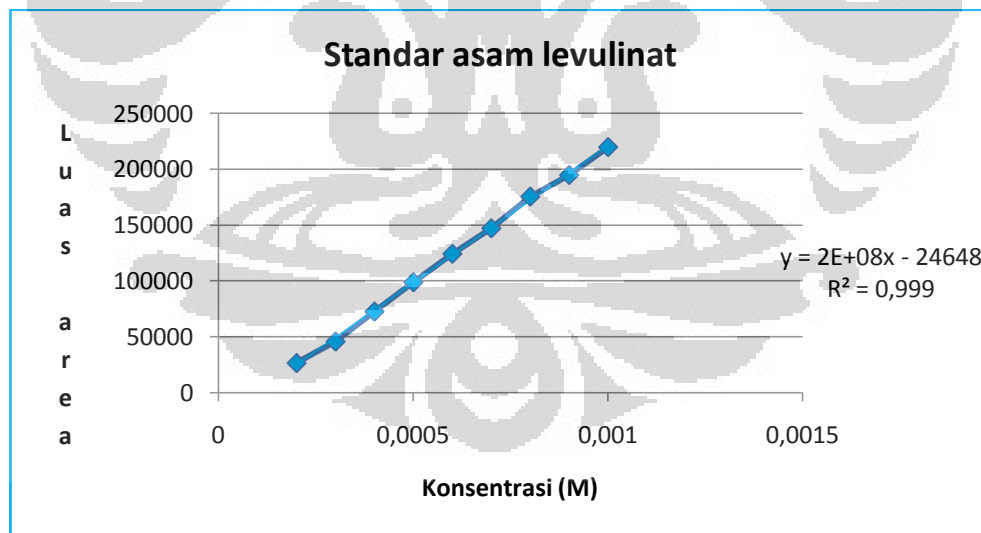
PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.273	12616	1422	0.000000	
2		16.547	194546	8285	0.000000	
3		17.633	6791	298	0.000000	

(lanjutan)

Sample ID : std.levu:10-3M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpneit\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\std\_as.levulinat.2\levu.10-3M.2-Rep2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpneit\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.30.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpneit\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 3/29/2010 11:37:48 PM



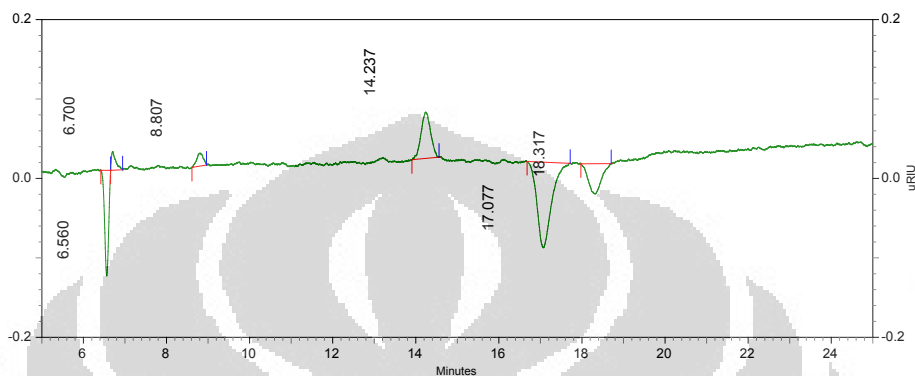
PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.267	29255	2953	0.000000	
2		16.553	219522	9136	0.000000	
3		17.590	4714	246	0.000000	





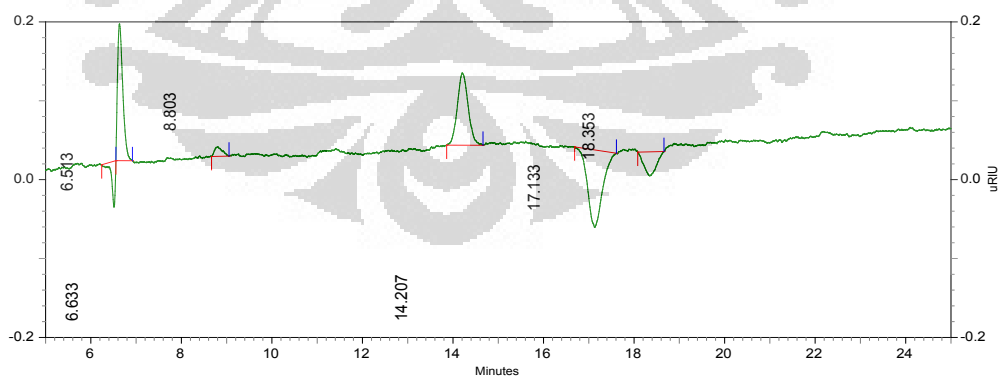
## Lampiran 10 Kromatogram HPLC Standar Asam Format

Sample ID : h\_form:10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs UI)\std\_h\_format\h\_form.10-4M.001.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs UI)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 11:54:03 AM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.560	6764	1063	0.000000	
2		6.700	1366	187	0.000000	
3		8.807	1437	130	0.000000	
4		14.237	7446	465	0.000000	
5		17.077	19607	861	0.000000	
6		18.317	6353	304	0.000000	

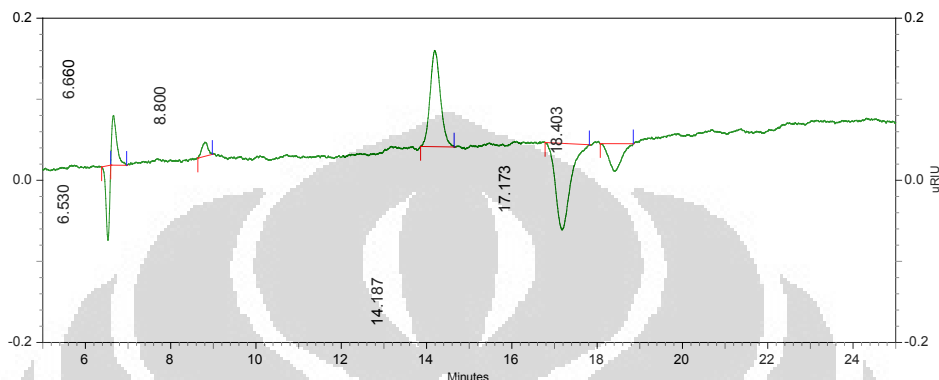
Sample ID : h\_form:2x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs UI)\std\_h\_format\h\_form.2x10-4M.001.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs UI)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 1:33:13 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.513	2412	466	0.000000	
2		6.633	11247	1386	0.000000	
3		8.803	1142	97	0.000000	
4		14.207	12175	732	0.000000	
5		17.133	16852	784	0.000000	
6		18.353	4479	244	0.000000	

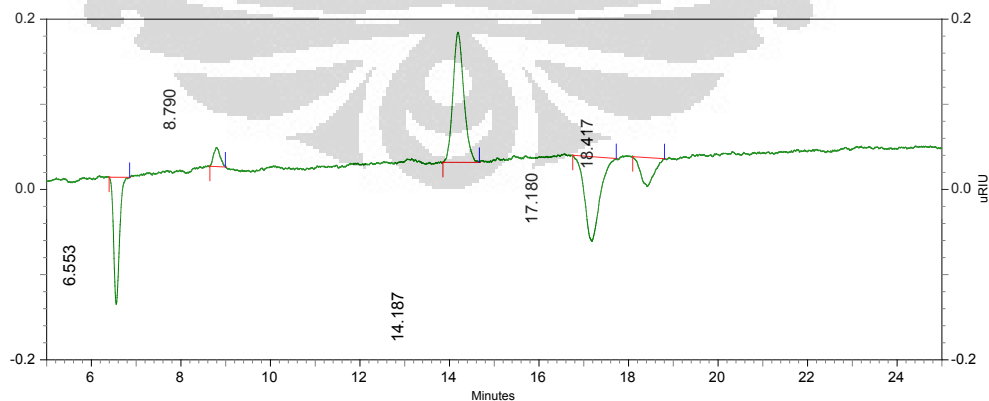
(lanjutan)

Sample ID : std\_h.form:3x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs U)\std\_h\_format\form.3x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs U)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 3:11:13 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.530	4039	737	0.000000	
2		6.660	3931	489	0.000000	
3		8.800	1380	140	0.000000	
4		14.187	15976	949	0.000000	
5		17.173	19664	854	0.000000	
6		18.403	5566	272	0.000000	

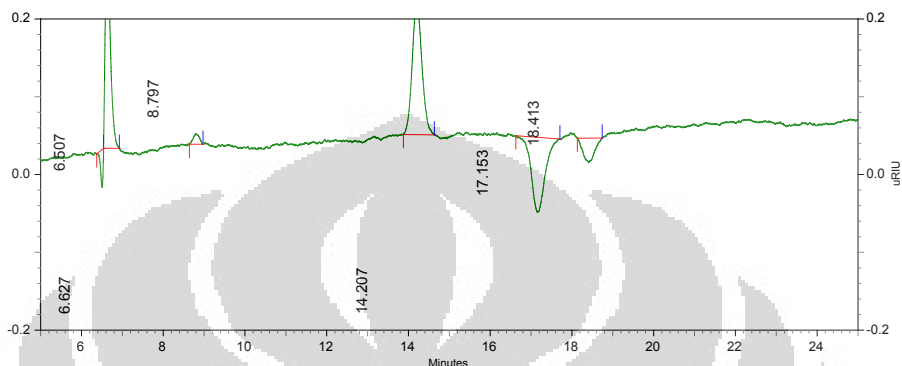
Sample ID : std\_h.form:4x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs U)\std\_h\_format\form.4x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs U)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 3:37:28 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.553	10153	1191	0.000000	
2		8.790	1809	177	0.000000	
3		14.187	20512	1221	0.000000	
4		17.180	17611	795	0.000000	
5		18.417	5441	272	0.000000	

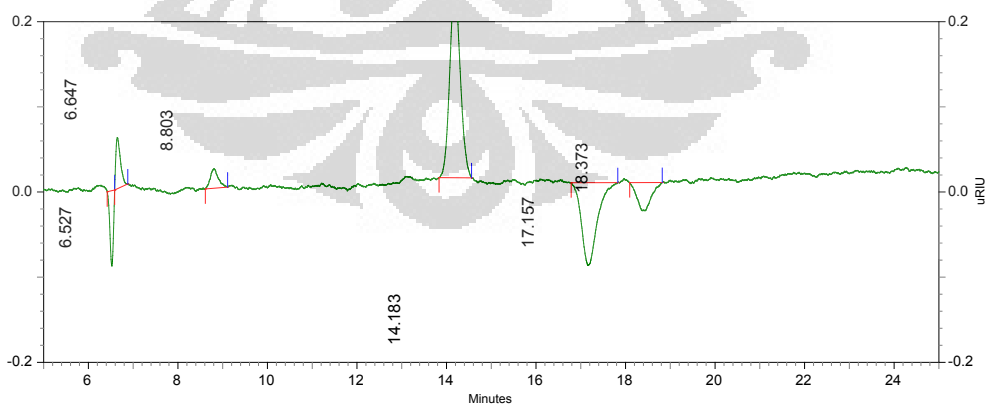
(lanjutan)

Sample ID : std\_h.form:5x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs U)\std\_h\_formatform.5x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs U)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 2:45:00 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.507	1547	392	0.000000	
2		6.627	18322	2118	0.000000	
3		8.797	1152	109	0.000000	
4		14.207	22582	1363	0.000000	
5		17.153	17280	770	0.000000	
6		18.413	4795	250	0.000000	

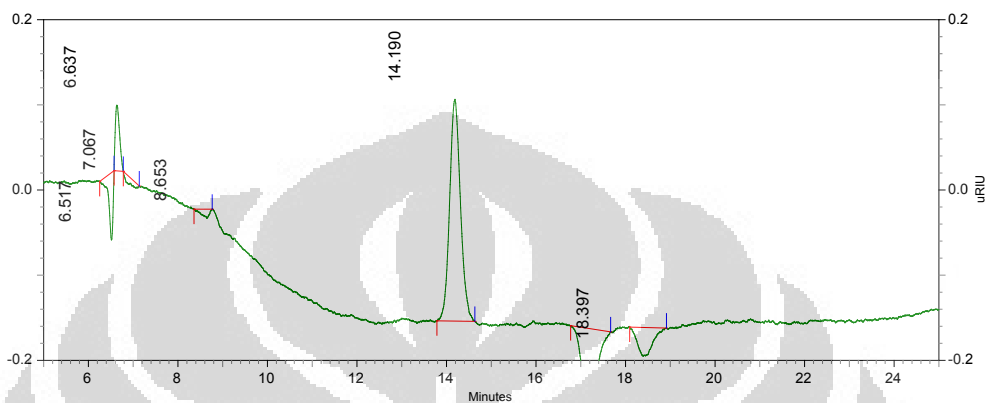
Sample ID : std\_h.form:6x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs U)\std\_h\_formatform.6x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs U)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 4:03:45 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.527	3648	707	0.000000	
2		6.647	3469	479	0.000000	
3		8.803	2262	182	0.000000	
4		14.183	29545	1793	0.000000	
5		17.157	17869	776	0.000000	
6		18.373	5638	263	0.000000	

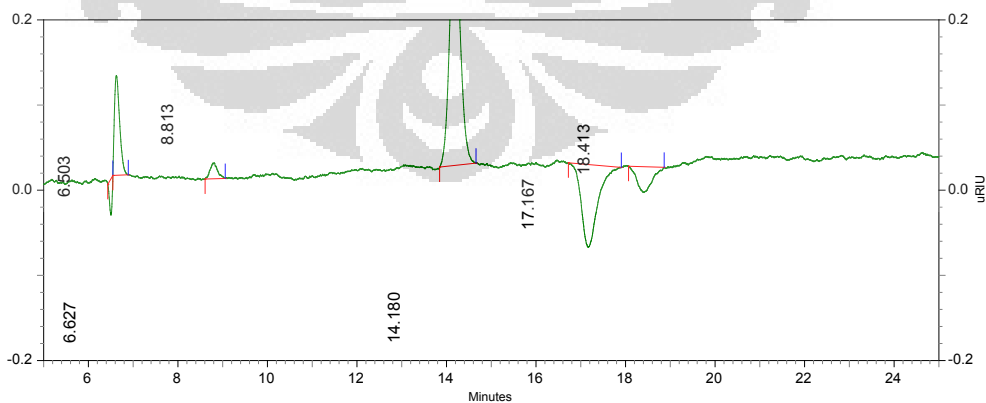
(lanjutan)

Sample ID : std\_h.form:7x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs UI)\std\_h\_format\form.7x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\laminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs UI)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 4:29:57 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.517	4032	632	0.000000	
2		6.637	4119	616	0.000000	
3		7.067	1093	45	0.000000	
4		8.653	1000	84	0.000000	
5		14.190	35049	2082	0.000000	
6		17.167	16890	767	0.000000	
7		18.397	6231	271	0.000000	

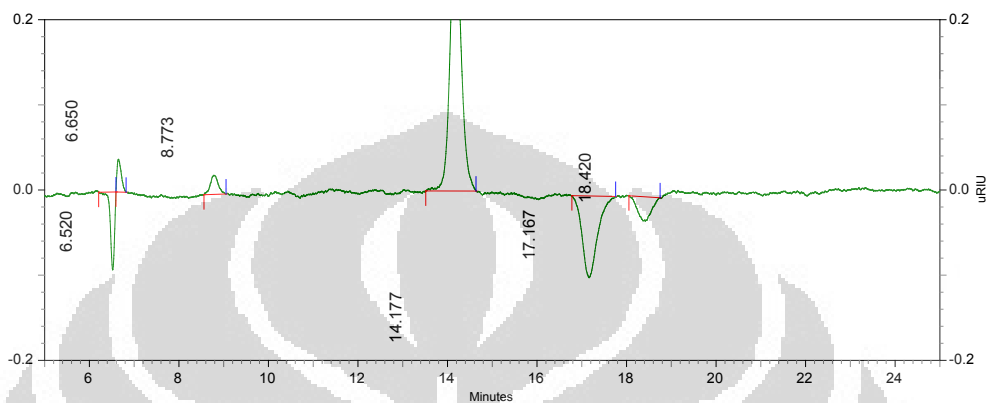
Sample ID : std\_h.form:8x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs UI)\std\_h\_format\form.8x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\laminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs UI)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 4:56:09 PM



PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.503	1341	339	0.000000	
2		6.627	7616	938	0.000000	
3		8.813	1722	148	0.000000	
4		14.180	38132	2296	0.000000	
5		17.167	18605	777	0.000000	
6		18.413	5504	242	0.000000	

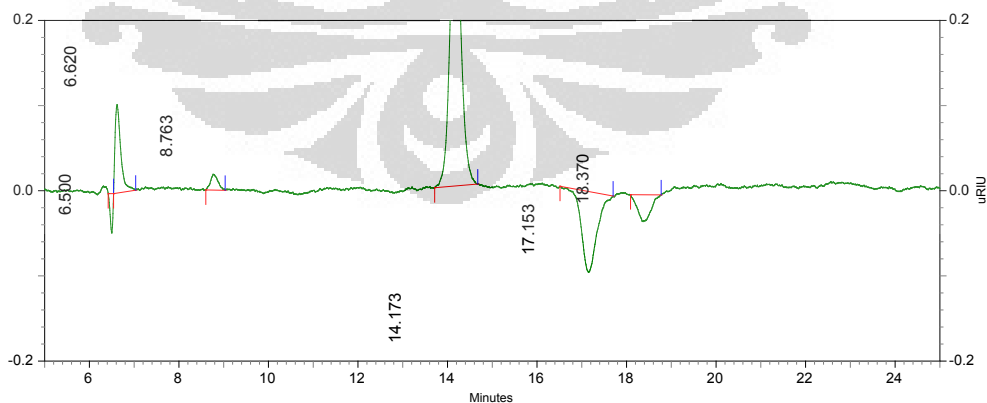
(lanjutan)

Sample ID : std\_h.form:9x10-4M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs U)\std\_h\_format\form.9x10-4M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs U)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 5:22:20 PM



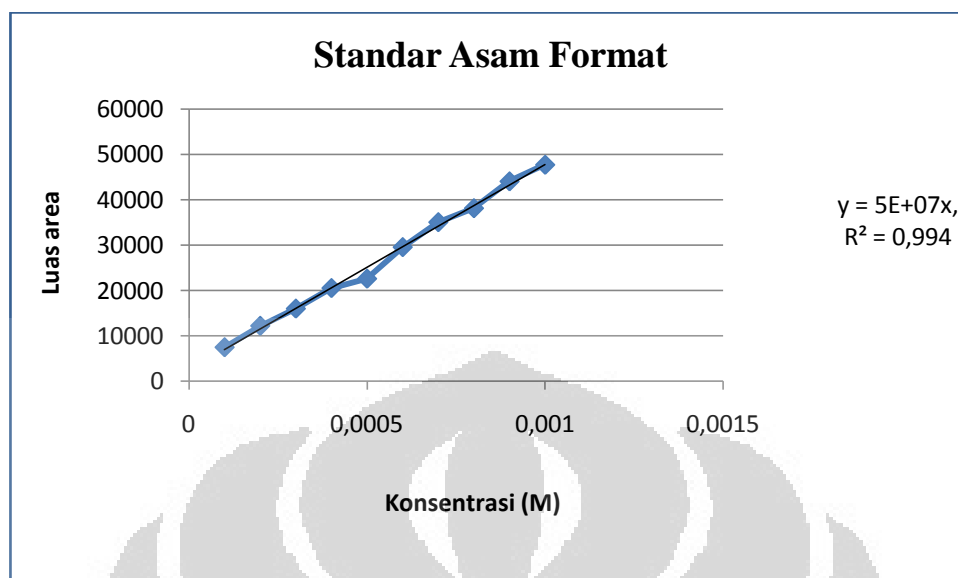
PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.520	4399	731	0.000000	
2		6.650	2035	307	0.000000	
3		8.773	2207	178	0.000000	
4		14.177	44059	2576	0.000000	
5		17.167	17250	767	0.000000	
6		18.420	4763	228	0.000000	

Sample ID : std\_h.form:10-3M  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\vania (mhs U)\std\_h\_format\form.10-3M.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\mhs\_luar\vania (mhs U)\std\_as.format.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/12/2010 5:48:35 PM



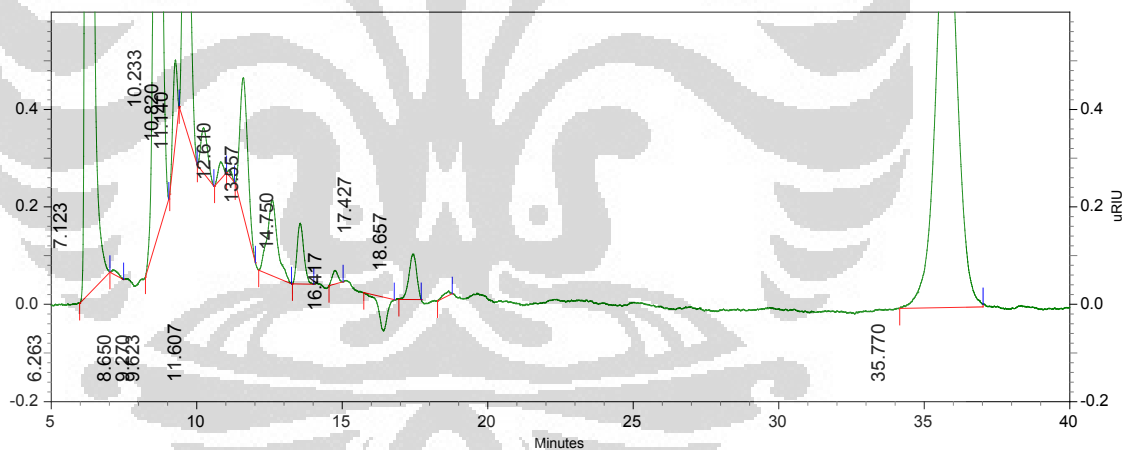
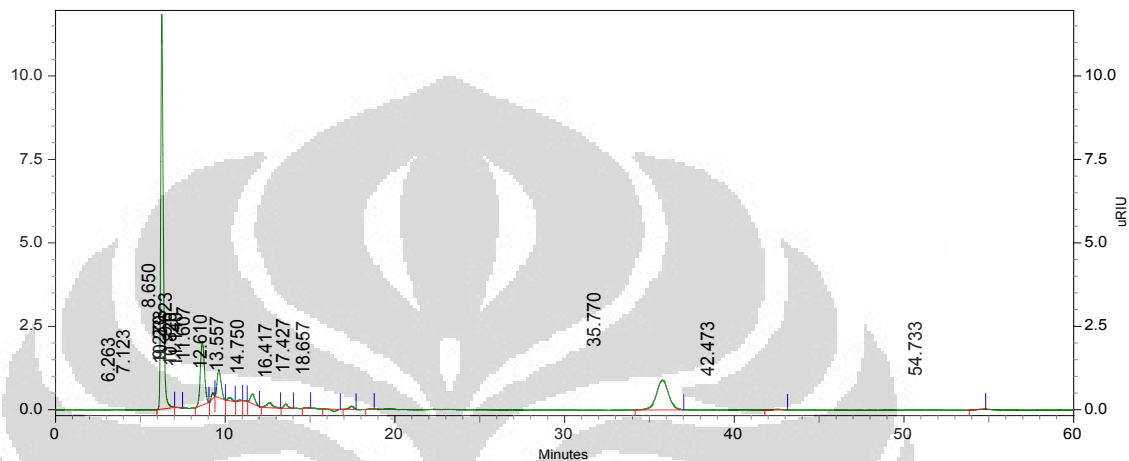
PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.500	1451	371	0.000000	
2		6.620	7354	830	0.000000	
3		8.763	1734	149	0.000000	
4		14.173	47719	2794	0.000000	
5		17.153	17279	759	0.000000	
6		18.370	5071	252	0.000000	

(lanjutan)



## Lampiran 11 Kromatogram HPLC Sampel

Sample ID : spl.1 (**Homogen 2 jam**)  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\spl\_H\_glukosa\1.001.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/7/2010 8:49:03 AM

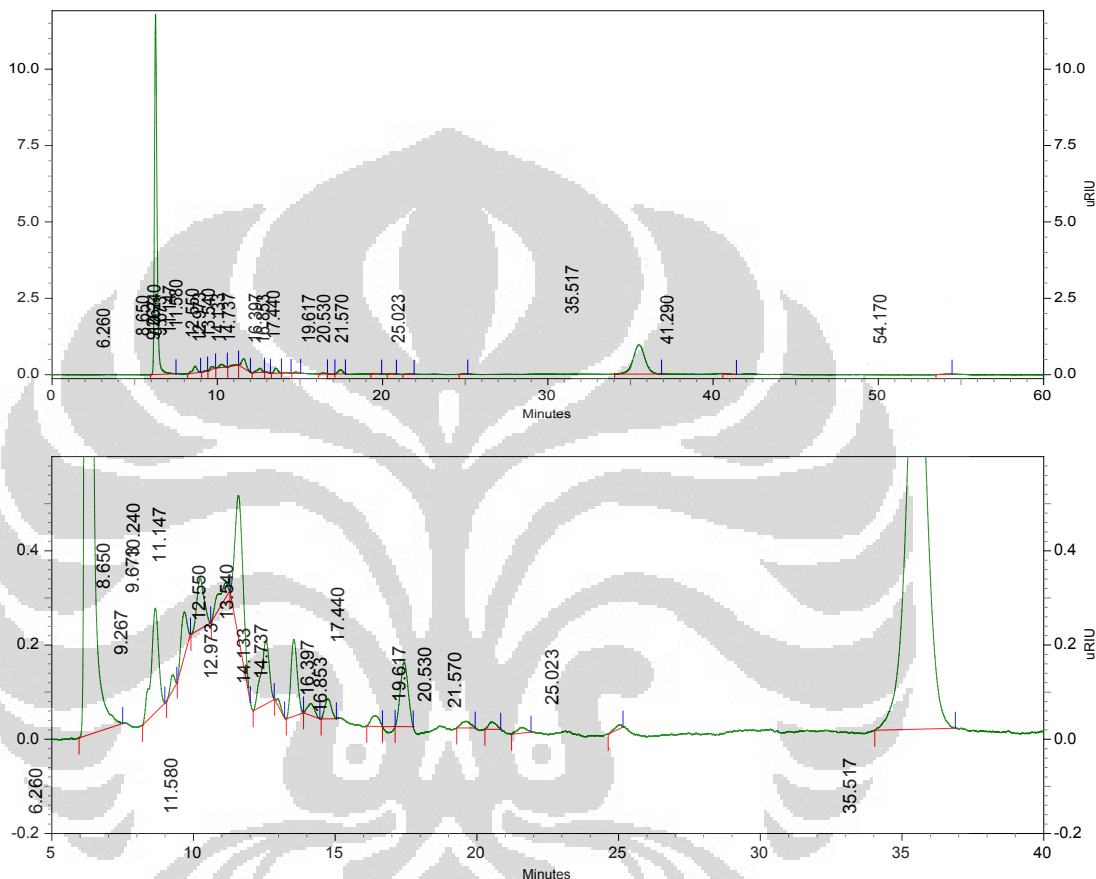


Pk #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.263	992742	94598	0.000000	
2		7.123	1145	71	0.000000	
3		8.650	254704	15252	0.000000	
4		9.270	13661	1330	0.000000	
5		9.623	106944	6635	0.000000	
6		10.233	12115	742	0.000000	
7		10.820	3469	287	0.000000	
8		11.140	1045	112	0.000000	
9		11.607	41905	2266	0.000000	
10		12.610	30746	1241	0.000000	
11		13.557	16114	998	0.000000	
12		14.750	3065	224	0.000000	
13		16.417	10806	556	0.000000	
14		17.427	13742	745	0.000000	
15		18.657	1193	75	0.000000	
16		35.770	358838	7140	0.000000	
17		42.473	7255	172	0.000000	
18		54.733	1933	42	0.000000	

Totals			1871422	132486	0.000000	
--------	--	--	---------	--------	----------	--

(lanjutan)

Sample ID : spl.2 (**Homogen 4 jam**)  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\spl\_H\_glukosa2.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\bioetanol-BG\tanti (mhs UI)\spl\_H.glu.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/7/2010 10:08:24 AM



RI Results	PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
	1		6.260	994452	94263	0.000000	
	2		8.650	33194	1774	0.000000	
	3		9.267	2769	261	0.000000	
	4		9.673	11174	761	0.000000	
	5		10.240	15410	859	0.000000	
	6		11.147	7360	254	0.000000	
	7		11.580	48281	2395	0.000000	
	8		12.550	21977	1085	0.000000	
	9		12.973	1219	109	0.000000	
	10		13.540	20310	1305	0.000000	
	11		14.133	3559	202	0.000000	
	12		14.737	5457	339	0.000000	
	13		16.397	3747	189	0.000000	
	14		16.853	1913	105	0.000000	
	15		17.440	20766	1096	0.000000	
	16		19.617	2623	117	0.000000	
	17		20.530	2338	125	0.000000	
	18		21.570	2207	98	0.000000	
	19		25.023	1206	71	0.000000	
	20		35.517	381605	7644	0.000000	
	21		41.290	1640	50	0.000000	
	22						

Totals			1587679	113226	0.000000	
--------	--	--	---------	--------	----------	--



(lanjutan)

Sample ID : spl.3 (Homogen 6 jam)

File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87\hpx87h\tanti (mhs UI)\spl\_H\_glukosa\3.dat

Method name : C:\EZChrom

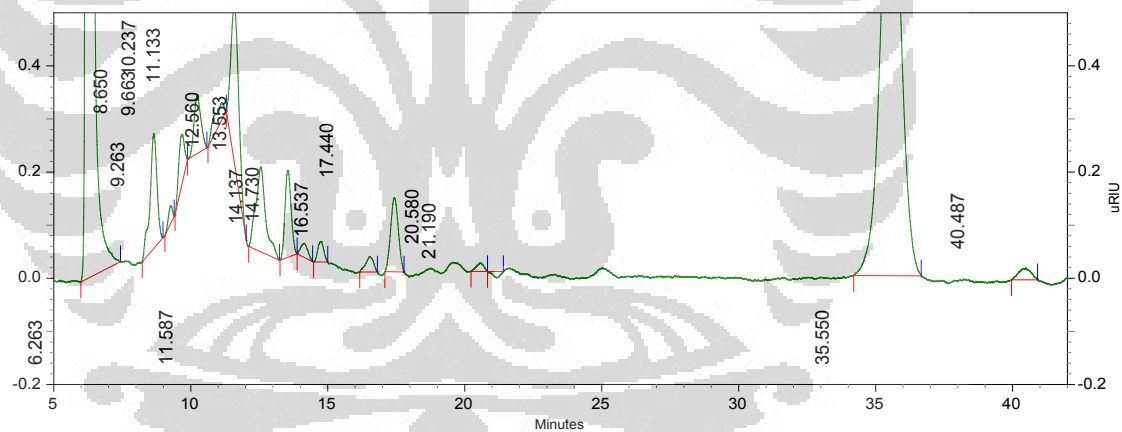
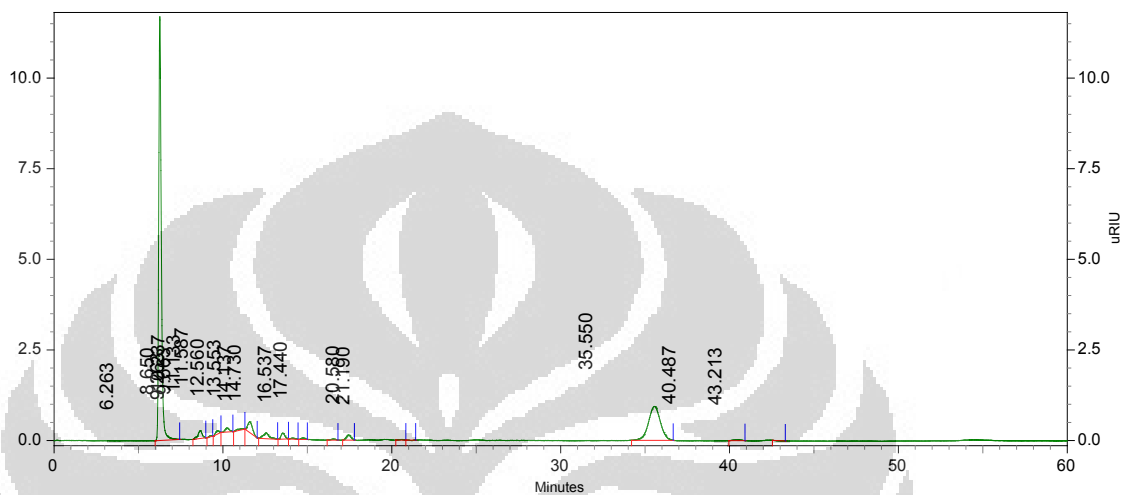
Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met

Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\pencucian.seq

Injection volume : 20ul

Mult. factor : 1

Run time : 4/7/2010 11:09:36 AM

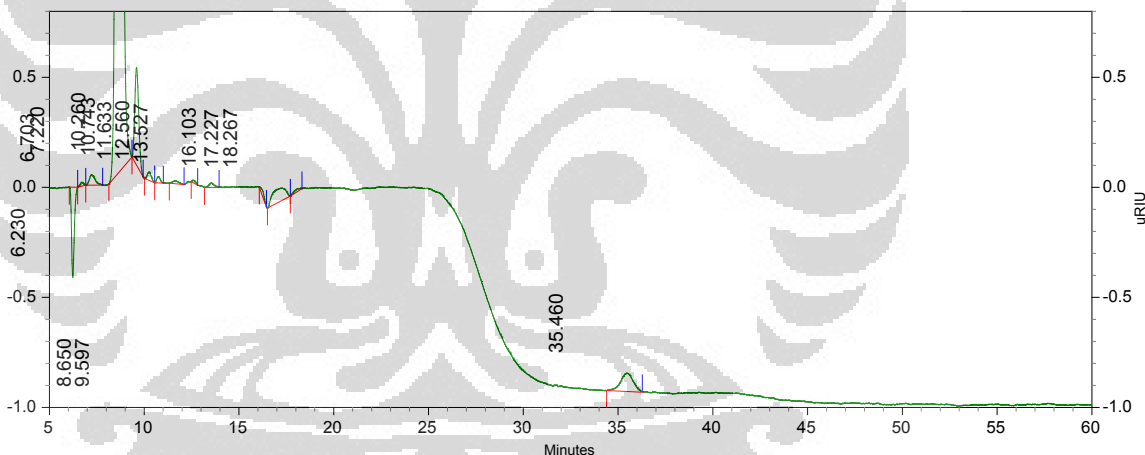
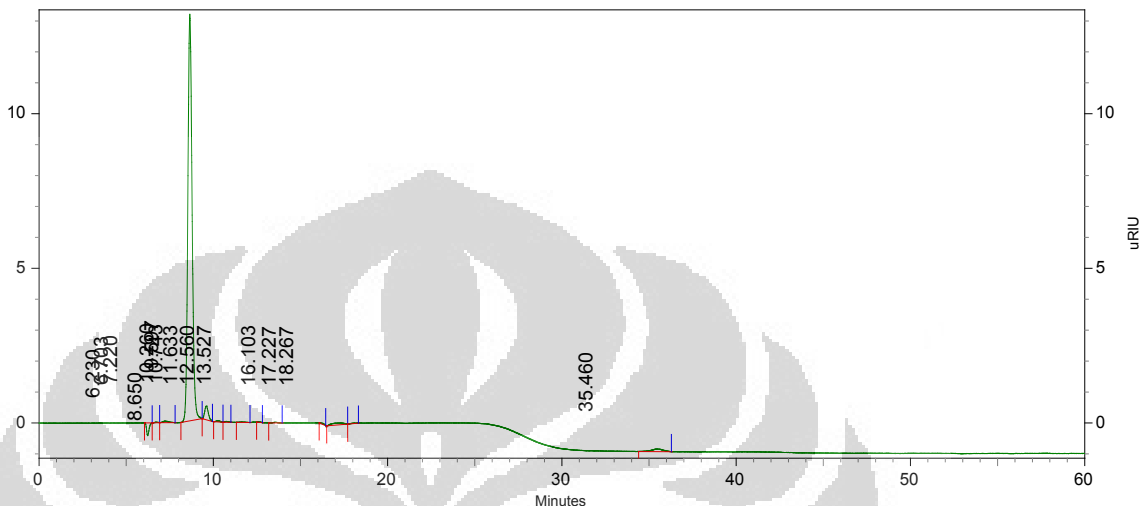


RI Results	PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
	1		6.263	991591	93526	0.000000	
	2		8.650	30827	1735	0.000000	
	3		9.263	2742	267	0.000000	
	4		9.663	10991	772	0.000000	
	5		10.237	15436	884	0.000000	
	6		11.133	7664	262	0.000000	
	7		11.587	47390	2375	0.000000	
	8		12.560	32242	1280	0.000000	
	9		13.553	20446	1305	0.000000	
	10		14.137	3774	212	0.000000	
	11		14.730	5139	321	0.000000	
	12		16.537	4611	231	0.000000	
	13		17.440	21853	1119	0.000000	
	14		20.580	2452	128	0.000000	
	15		21.190	1710	95	0.000000	
	16		35.550	372740	7520	0.000000	
	17		40.487	6338	193	0.000000	
Totals				1577946	112225	0.000000	

(lanjutan)

Sample ID : spl.5 (Heterogen 4 jam)

File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\spl\_H\_glukosa\5.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/7/2010 1:12:02 PM



RI Results

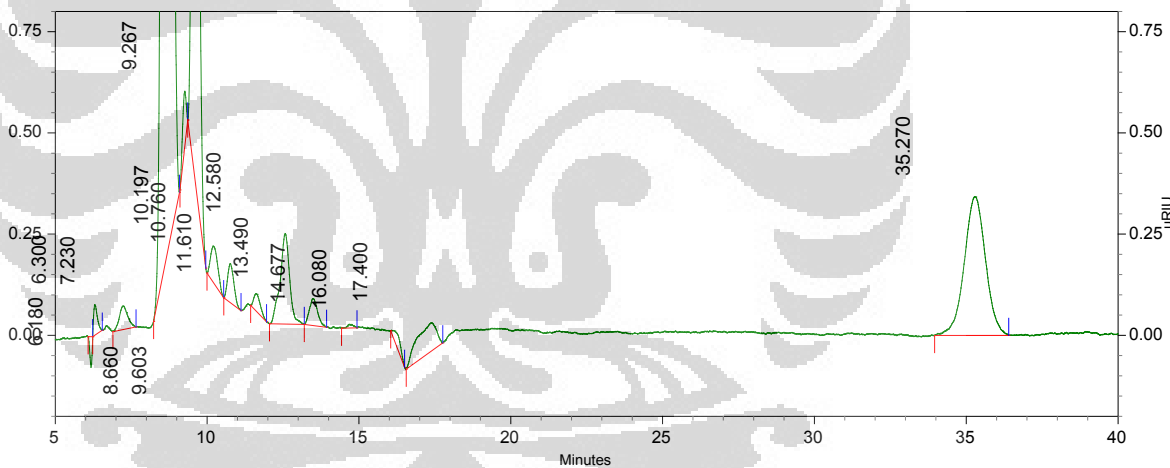
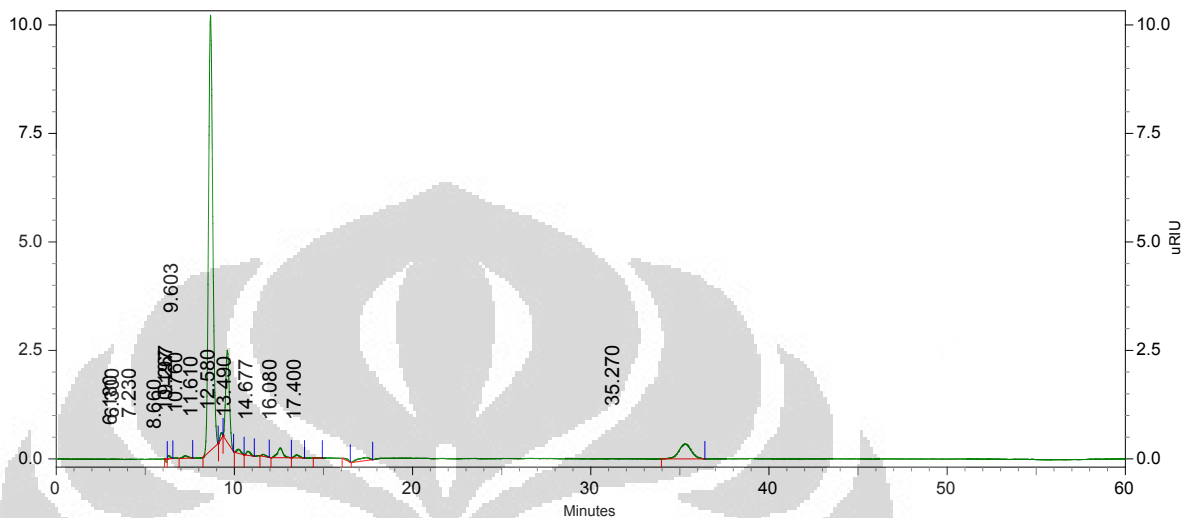
PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.230	31636	3276	0.000000	
2		6.703	1786	145	0.000000	
3		7.220	8021	377	0.000000	
4		8.650	1779548	105183	0.000000	
5		9.597	51393	3543	0.000000	
6		10.260	4486	308	0.000000	
7		10.743	2967	231	0.000000	
8		11.633	2425	115	0.000000	
9		12.560	1159	83	0.000000	
10		13.527	3131	162	0.000000	
11		16.103	2741	65	0.000000	
12		17.227	23889	460	0.000000	
13		18.267	2462	50	0.000000	
14		35.460	31215	667	0.000000	

Totals			1946859	114665	0.000000	
--------	--	--	---------	--------	----------	--

(lanjutan)

Sample ID : spl.7 (Heterogen 6 jam)

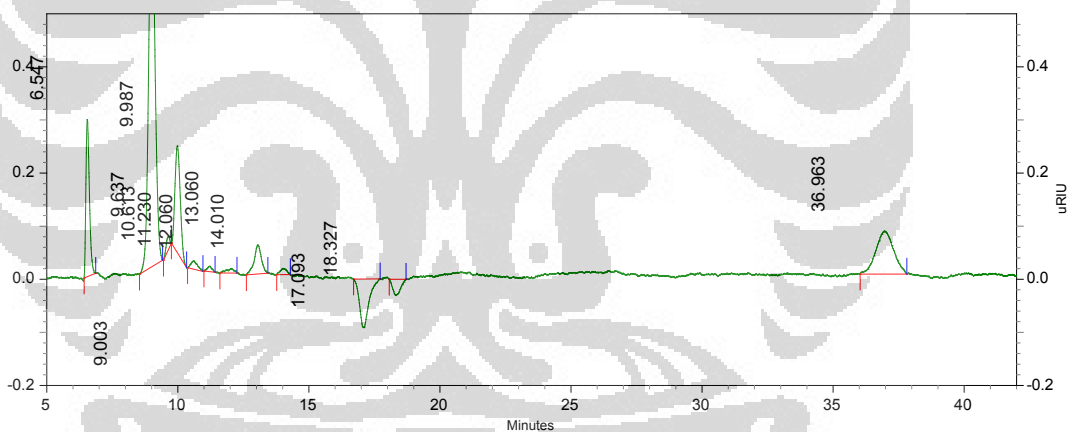
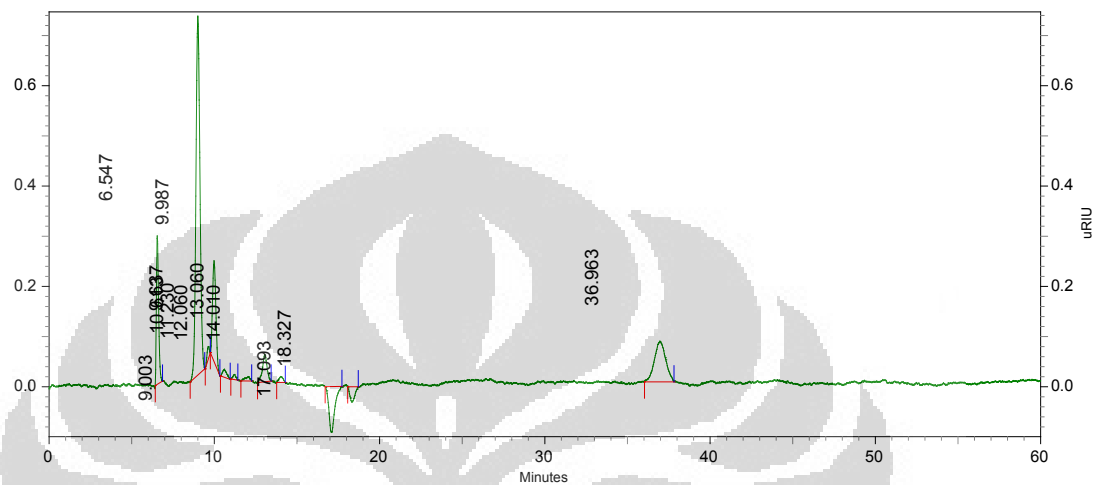
File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\spl\_H\_glukosa7.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/7/2010 3:14:33 PM



RI Results	PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
	1		6.180	2893	607	0.000000	
	2		6.300	5200	604	0.000000	
	3		7.230	9019	463	0.000000	
	4		8.660	1313429	80232	0.000000	
	5		9.267	9347	1088	0.000000	
	6		9.603	241976	16920	0.000000	
	7		10.197	12007	710	0.000000	
	8		10.760	11106	771	0.000000	
	9		11.610	5275	337	0.000000	
	10		12.580	38940	1787	0.000000	
	11		13.490	10001	534	0.000000	
	12		14.677	1025	73	0.000000	
	13		16.080	4555	62	0.000000	
	14		17.400	26417	551	0.000000	
	15		35.270	133817	2738	0.000000	
Totals				1825007	107477	0.000000	

(lanjutan)

Sample ID : spl.1 (**Heterogen 8 jam**)  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\5%.dat  
 Method name : C:\EZChrom  
 Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\laminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\pencucian.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/13/2010 9:47:31 PM



RI Results

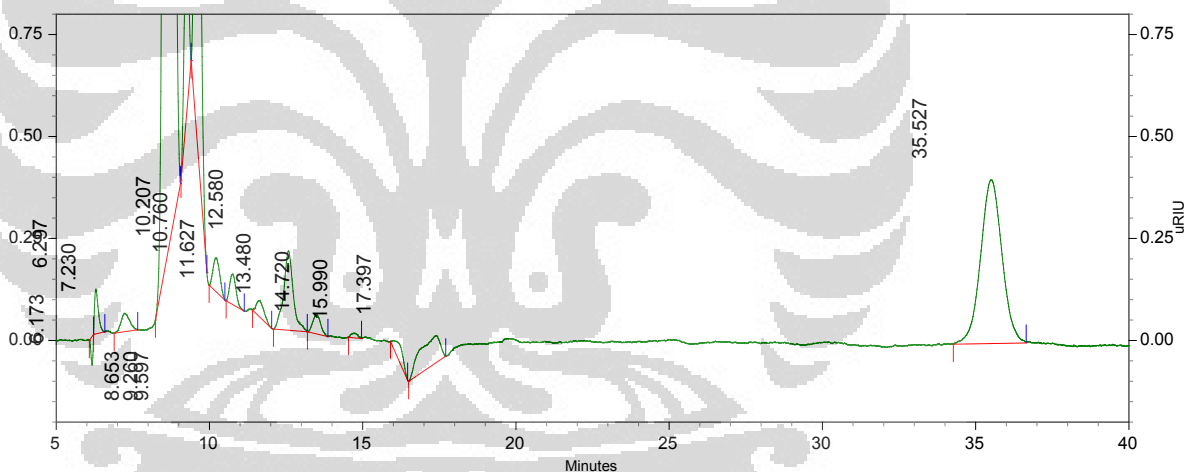
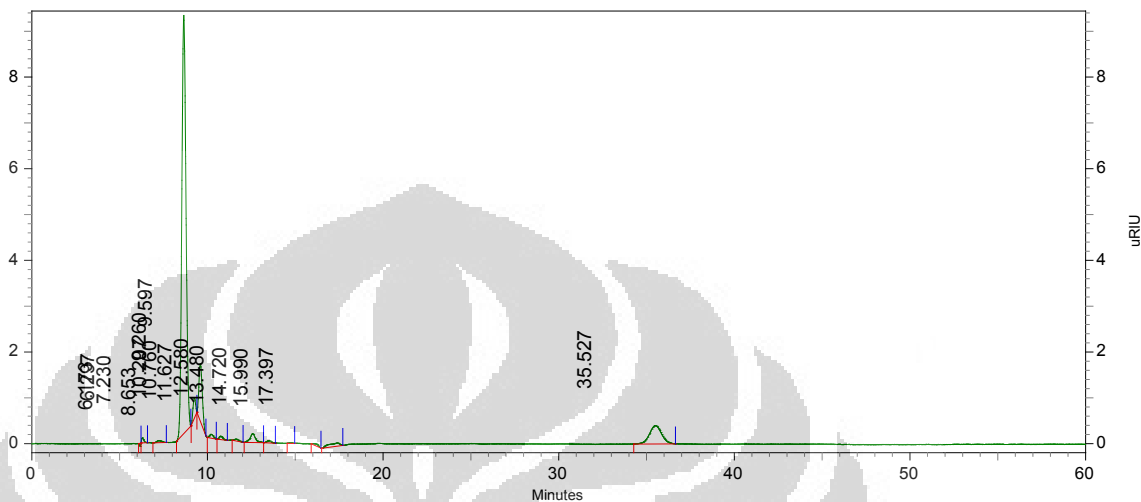
PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
1		6.547	22137	2368	0.000000	
2		9.003	96749	5723	0.000000	
3		9.637	1912	198	0.000000	
4		9.987	22558	1612	0.000000	
5		10.613	2168	129	0.000000	
6		11.230	1018	82	0.000000	
7		12.060	1400	70	0.000000	
8		13.060	8442	437	0.000000	
9		14.010	1625	95	0.000000	
10		17.093	17493	731	0.000000	
11		18.327	4945	245	0.000000	
12		36.963	30526	651	0.000000	

Totals			210973	12341	0.000000	
--------	--	--	--------	-------	----------	--

(lanjutan)

Sample ID : spl.9 (Tanpa Katalis 4 jam)

File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\mhs\_luar\hpx-87h\tanti (mhs UI)\spl\_H\_glukosa\9.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 4/7/2010 5:16:58 PM

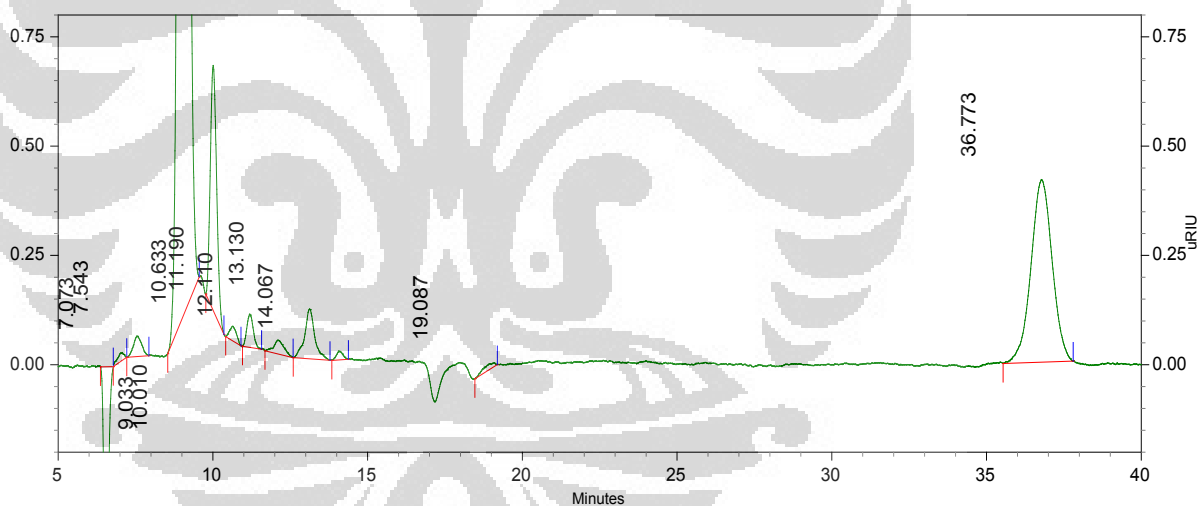
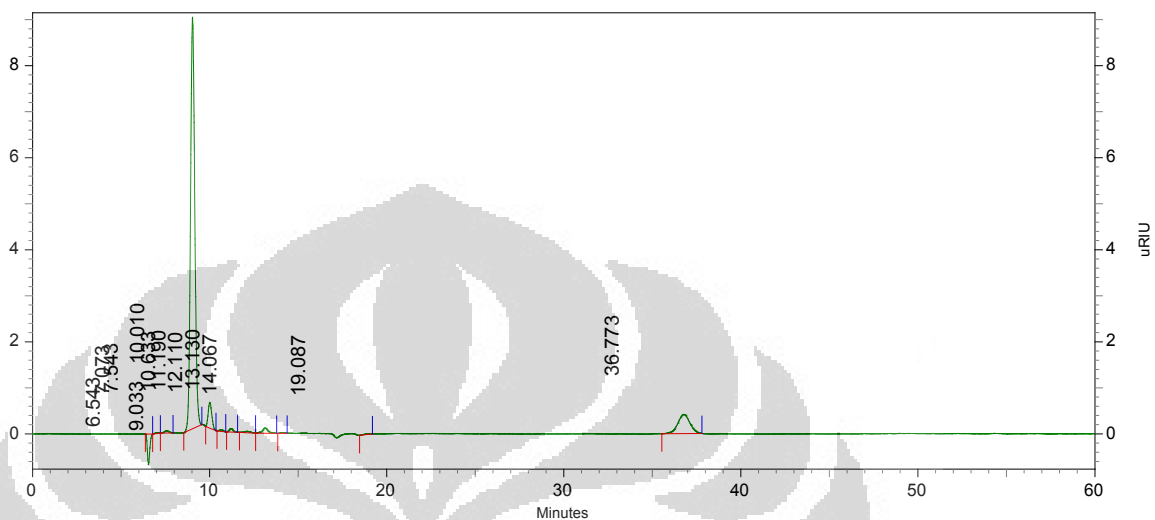


RI Results	PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
	1		6.173	2465	563	0.000000	
	2		6.297	7503	875	0.000000	
	3		7.230	7043	362	0.000000	
	4		8.653	1199393	72999	0.000000	
	5		9.260	36416	3543	0.000000	
	6		9.597	134545	10023	0.000000	
	7		10.207	10242	659	0.000000	
	8		10.760	8390	598	0.000000	
	9		11.627	5557	316	0.000000	
	10		12.580	33685	1558	0.000000	
	11		13.480	6795	376	0.000000	
	12		14.720	1339	94	0.000000	
	13		15.990	6599	130	0.000000	
	14		17.397	26338	530	0.000000	
	15		35.527	156246	3207	0.000000	

Totals				1642556	95833	0.000000	
--------	--	--	--	---------	-------	----------	--

(lanjutan)

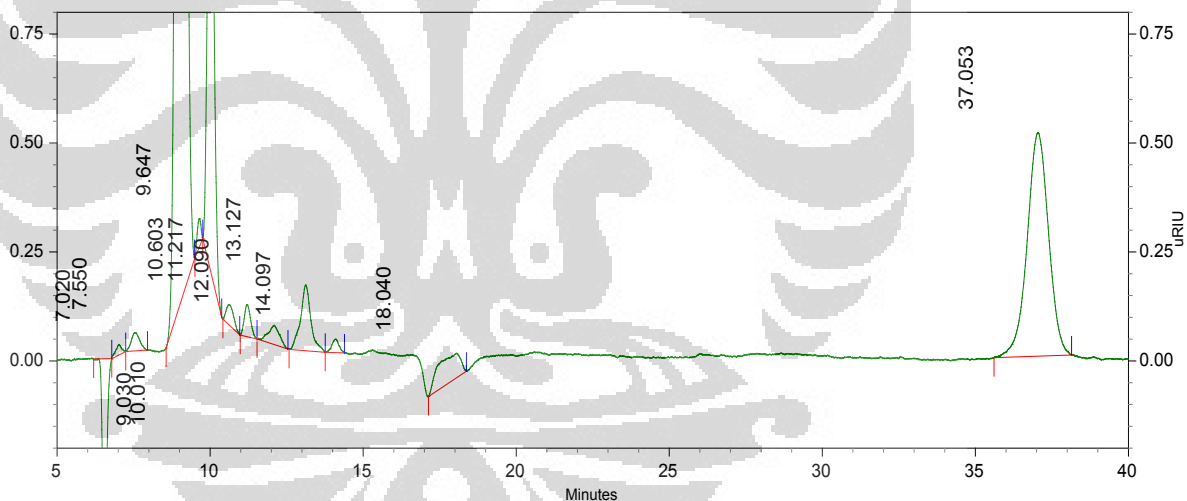
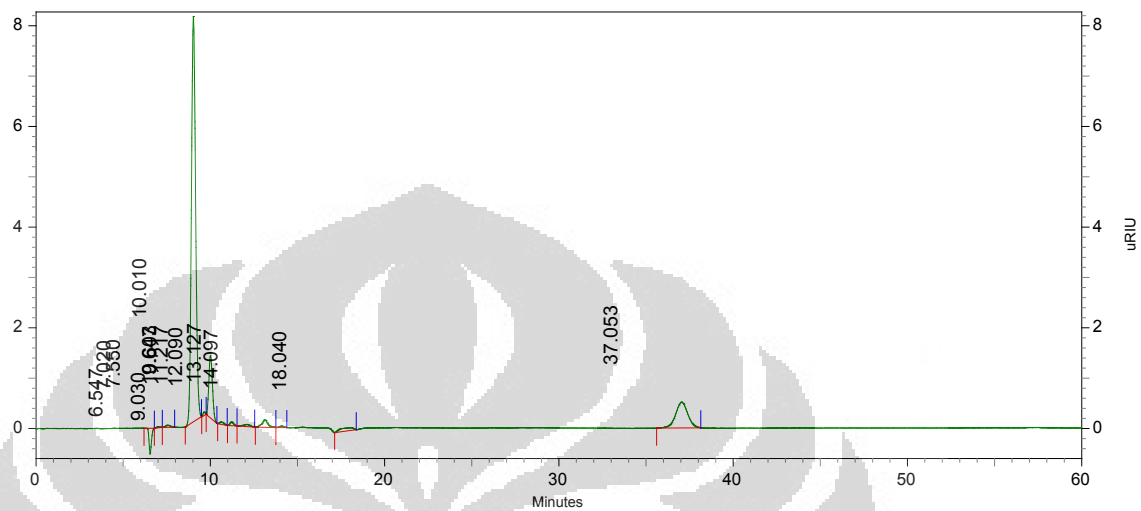
Sample ID : tk.glu.6j (**Tanpa Katalis 6 jam**)  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\tk.glu.6j.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 5/19/2010 11:24:04 AM



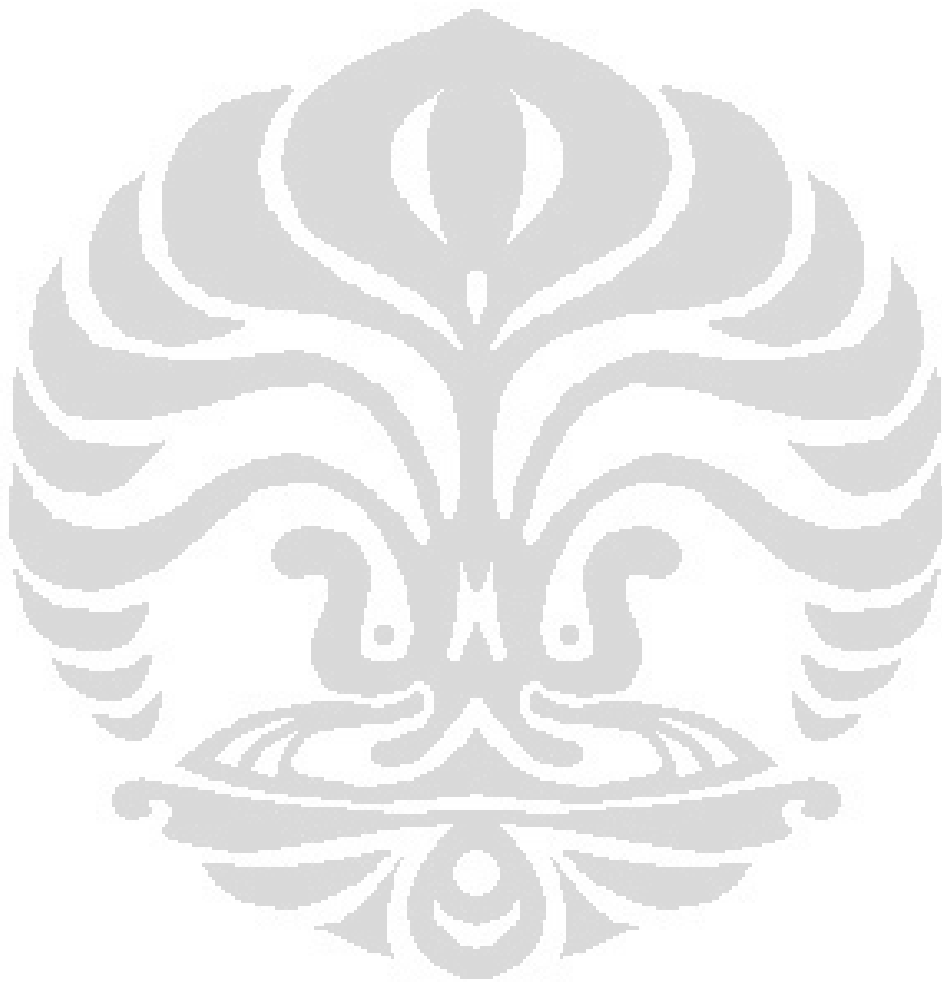
RI Results	PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
	1		6.543	49367	5292	0.000000	
	2		7.073	2309	141	0.000000	
	3		7.543	6975	375	0.000000	
	4		9.033	1194366	71520	0.000000	
	5		10.010	63577	4483	0.000000	
	6		10.633	4094	262	0.000000	
	7		11.190	8808	610	0.000000	
	8		12.110	5899	256	0.000000	
	9		13.130	20673	912	0.000000	
	10		14.067	2371	161	0.000000	
	11		19.087	2747	70	0.000000	
	12		36.773	159468	3342	0.000000	
Totals				1520654	87424	0.000000	

(lanjutan)

Sample ID : tk.glu.8j (**Tanpa Katalis 8 jam**)  
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Data\tk.glu.8j.dat  
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Method\BG\aminex\_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met  
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt\_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq  
 Injection volume : 20ul  
 Mult. factor : 1  
 Run time : 5/20/2010 10:27:53 AM



RI Results	PK #	Name	Retention Time	Area	Height	ESTD concentration	Units
	1		6.547	38111	4096	0.000000	
	2		7.020	2632	195	0.000000	
	3		7.550	6496	337	0.000000	
	4		9.030	1077302	64423	0.000000	
	5		9.647	4464	525	0.000000	
	6		10.010	142123	9948	0.000000	
	7		10.603	6408	366	0.000000	
	8		11.217	8473	588	0.000000	
	9		12.090	8974	352	0.000000	
	10		13.127	28487	1206	0.000000	
	11		14.097	4010	250	0.000000	
	12		18.040	25961	455	0.000000	
	13		37.053	199278	4104	0.000000	
	Totals			1552719	86845	0.000000	





Lampiran 7 Data Hasil BET  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ 

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and  
for NOVA instruments  
©1994-2003, Quantachrome Instruments  
version 2.1

**Quantachrome**  
INSTRUMENTS  
Optimizing particle performance

\*\*\* This report was generated by an unaudited system \*\*\*

**Analysis**  
Operator: Sukardi-Lemi Date: 2010/05/26  
Sample ID: Alumin t. sulfa Filename: C:\QCdata\physisorb\E-Al SO4-ok.qps  
Sample Desc: Comment: NONE  
Sample weight: 0.1380 g Sample Volume: 0.0354 cc Sample Density: 3.9000 cc/g  
Outgas Time: 1.0 hrs Outgas Temp: 100.0 C Analysis gas: Nitrogen  
Analysis Time: 388.0 min End of run: 2010/05/26 15:05:36 Instrument: Nova Station A  
Bath Temp: 77.3 K Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 90/90 sec (ads/des)

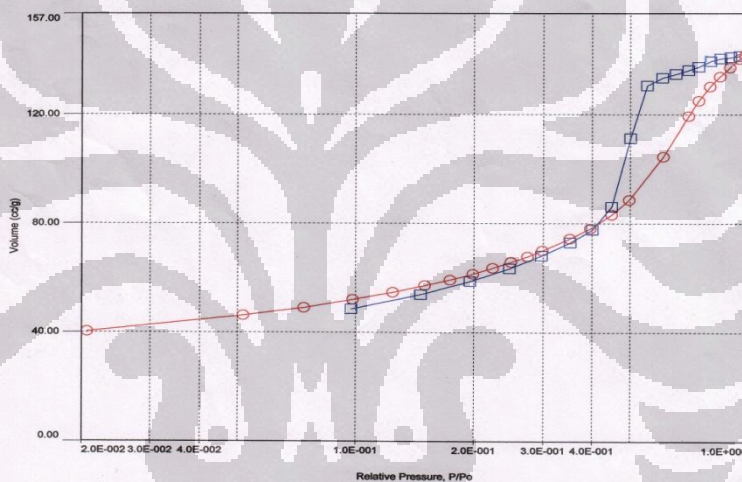
**Average Pore Size**

**Data Reduction Parameters**

Adsorbate: Nitrogen Thermal Transpiration: on Eff. mol. diameter (D): 3.5400, Eff. cell stem diam. (d): 7.0000 mm  
Temperature: 77.350 K  
Molecular Wt.: 28.013 g/mol Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup>/mol Liquid Density: 0.808 g/cc

**Average Pore Size summary**

Average pore Diameter = 3.92525e+01 Å



Report id: {1207633466:20100602 13271878} Page 1 of 1

**Total Pore Volume summary**

**Total Pore Volume**

Total pore volume = 2.196e-01 cc/g for  
pores smaller than 5980.8 Å (Diameter)  
at P/Po = 0.99679

**Multi-Point BET**

Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP1 / [ W((Po/P) - 1) ] [cc/g]	Relative Pressure [P/Po]	Volume@STP1 / [ W((Po/P) - 1) ] [cc/g]
9.83660e-02	51.9752	1.6795e+00	59.3317
1.24421e-01	54.6425	2.0807e+00	61.5250
1.50538e-01	57.1531	2.4809e+00	

**BET summary**

Slope = 15.395  
Intercept = 1.646e-01  
Correlation coefficient, r = 0.999998  
C constant = 94.5  
Surface Area = 223.81 m<sup>2</sup>/g