



UNIVERSITAS INDONESIA

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

SKRIPSI

**VANIA VIANDRA
0606069400**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

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

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**VANIA VIANDRA
0606069400**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Vania Viandra

NPM : 0606069400

Tanda Tangan : ...

Tanggal : ...

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Vania Viandra
NPM : 0606069400
Program Studi : Sarjana
Judul Skripsi : Studi Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa
untuk Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat
Menggunakan Katalis Homogen dan Heterogen
Asam

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr.rer.nat Widayanti Wibowo ()
Pembimbing : Prof.Dr. Soleh Kosela M.Sc ()
Penguji : Dr. Ivandini TA M.Si ()
Penguji : Dr.rer.nat Agustino Zulys ()
Penguji : Dr. Emil Budianto ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 30 juni 2010

KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang senantiasa memberikan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Sholawat serta salam semoga tercurah kepada Rasullulah Muhammad SAW.

Skripsi yang berjudul Studi Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa untuk Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat Menggunakan Katalis Homogen dan Heterogen Asam, disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program sarjana di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Ucapan terima kasih yang sangat mendalam ditujukan kepada Allah SWT atas berkah dan rahmat-Nya selama ini.

Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih atas segala bantuan yang telah diberikan kepada:

- (1) Dr. Widayanti Wibowo dan Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran serta kesabaran dalam membimbing penulis sehingga skripsi ini dapat tersusun;
- (2) Dr. Buana Girisuta, selaku Kepala Jurusan Teknik Industri, Universitas Parahyangan yang telah memperbolehkan penulis melakukan penelitian di Universitas Parahyangan dan terimakasih atas ilmu yang diberikan selama penulis melakukan penelitian;
- (3) Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen Kimia UI, Drs. Sultan Badjri M.Si selaku penasehat akademik, Dra. Tresye Utari selaku koordinator penelitian, dan seluruh staf pengajar Kimia UI yang telah memberikan Ilmu yang sangat berharga selama ini;
- (4) Pak Asep (Universitas Parahyangan), Pak Wisnu (BATAN Serpong), Bu Morina (Lemigas), Pak Bambang (UI-salemba) terimakasih atas bantuannya

dalam pengukuran sampel sehingga penulis bisa memperoleh data-data yang menunjang skripsi ini;

- (5) Pak Hedi, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Trie, Mba Ema, Mba Indri, Mba Ati, Pak Trisno perpus, Pak Kiri, Pak Min, Pak Marji, dan Pak Hadi terimakasih atas bantuannya selama ini;
 - (6) Mama dan Papa yang tiada hentinya memberikan perhatian, dukungan serta doa yang selalu dipanjatkan dengan setulus hati demi kelancaran penyusunan skripsi ini serta adikku Kevin dan seluruh keluarga besar penulis, terimakasih untuk perhatian dan bantuan yang diberikan;
 - (7) Ka Rasyid terimakasih atas bantuan, masukan-masukan dan semangat yang diberikan selama penulis menghadapi kesulitan. Ka Ijul, Ka Alfin dan Ka Marcel, terimakasih atas bantuannya selama penulis melakukan pengukuran.
 - (8) Ka Norma, Ka Mutia dan Ka Alti terimakasih atas persahabatan, semangat serta dukungannya;
 - (9) Nadya, Narita, Nadiroh, Wiwit, Nissia, Feri, Putu, Diana, Sonia, Didit, Noval dan seluruh kimia 06 yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu terimakasih atas persahabatan yang terjalin selama ini serta keceriaan, perhatian dan semangat yang selalu diberikan;
 - (10) Adit dan Ayu terimakasih atas persahabatan, saran-saran dan semangat yang selalu diberikan;
 - (9) Ka golda dan Ka Iren terimakasih telah setia menemani penulis serta memberikan semangat dan keceriaan selama penelitian;
 - (10) Tanti, Winda, Kartika, Mima, Tantry, Ayu, Tere, Faiza, Ka Tj, Ka Meta, Feni, Anisa, Wisnu, Indra, Mba Siska, Ka Iman, Nanik, Brit, Riry, Zico, Vania, Atika, Ka Agung, Rindu, Raima, Steffani terima kasih untuk semangat, bantuan serta info-info yang diberikan;
 - (11) Adik-adik angkatan 2007, 2008 dan 2009 terimakasih untuk dukungannya.
- Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan namun penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2010

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

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

Nama : Vania Viandra
NPM : 0606069400
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : 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 saya yang berjudul :
Studi Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa untuk Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat Menggunakan Katalis Homogen dan 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 mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di :
Pada tanggal :

Yang menyatakan

(.....)

ABSTRAK

Nama : Vania Viandra
Program Studi : Kimia
Judul : Studi Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa untuk
Menghasilkan Senyawa Asam Levulinat Menggunakan Katalis
Homogen dan Heterogen Asam

Indonesia merupakan negara agraris yang kaya akan biomasnya. Biomassa lignoselulosa ini tersedia dengan sangat melimpah. Biomassa lignoselulosa sebagian besar terdiri dari campuran polimer karbohidrat (selulosa dan hemiselulosa) dan lignin yang dapat diubah menjadi bahan memiliki nilai yang tinggi. Penelitian ini mempelajari reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa dengan menggunakan katalis homogen H_2SO_4 0,1 M dan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$. Reaksi katalisis ini dilakukan pada temperatur 140°C selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Hidroksi metil furfural merupakan produk intermediet yang dapat dihidrolisis lebih lanjut menjadi asam levulinat dan asam format, serta produk karbonisasi yang berbentuk material padatan. Produk hidrolisis tersebut dianalisis dengan metode HPLC dimana diperoleh persen konversi galaktosa dan fruktosa yang semakin meningkat seiring dengan waktu reaksi. Reaksi hidrolisis fruktosa dengan katalis homogen menunjukkan persen konversi terbesar (99%) dari reaksi hidrolisis selama 4 jam, persen yield asam levulinat terbesar (5%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam dan persen yield asam format terbesar (8%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam. Sementara itu, reaksi hidrolisis galaktosa menunjukkan persen konversi terbesar (99%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam dan persen yield asam format terbesar (7%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam. Hasil dari reaksi fruktosa dengan katalis heterogen tidak diperoleh asam levulinat tapi menunjukkan persen konversi terbesar (60%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam dan persen yield asam format terbesar (11%) dari reaksi hidrolisis selama 2 jam. Sementara itu, reaksi galaktosa dengan katalis heterogen juga tidak diperoleh asam levulinat, tapi diperoleh persen konversi terbesar (46%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam dan persen yield asam format terbesar (2%) dari reaksi hidrolisis selama 6 jam.

Kata Kunci : biomassa, galaktosa, fruktosa, hidrolisis, H_2SO_4 0,1 M, katalis asam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$, asam levulinat

xiv+104 halaman : 29 gambar; 11 tabel

Daftar Pustaka : 33 (1967-2010)

ABSTRACT

Name : Vania Viandra
Program Study : Chemistry
Title : Study on Hydrolysis Reaction of Galactose and Fructose to Produce Levulinic Acid Using Homogeneous and Heterogeneous Acid Catalyst

Indonesia is agriculture land, in which lignocellulosic biomass is available in abundance. Most of lignocellulosic biomass is composed of carbohydrate polymer mixture (cellulose and hemicellulose), lignin and can be converted into higher added value materials. The hydrolysis reaction of cellulose and hemicellulose can produce levulinic acid. This research studied hydrolysis reaction of galactose and fructose conducted over homogeneous catalyst, H_2SO_4 0.1 M and over heterogeneous catalyst, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$. This catalysis reactions were performed at temperature 140°C for 2 hours, 4 hours and 6 hours. Hydroxy methyl furfural was produced as the intermediate product, which was further hydrolized into levulinic acid and formic acid, and carboneous product, in form of solid material was also existed. The reaction products were analyzed by HPLC method, in which the conversion of galactose and fructose were increased with the reaction time. The homogeneous hydrolysis reaction of fructose showed the highest conversion (99%) from hydrolysis reaction for 4 hours, the highest yield of levulinic acid (5%) from hydrolysis reaction for 6 hours and the highest yield of formic acid (8%) from hydrolysis reaction for 6 hours. Meanwhile the reaction of galactose showed the highest conversion (99%) from hydrolysis reaction for 6 hours and the highest yield of formic acid (7%) from hydrolysis reaction for 6 hours. The heterogeneous result of fructose did not show any levulinic acid but showed the highest conversion (60%) from hydrolysis reaction for 6 hours and the highest yield of formic acid (11%) from hydrolysis reaction for 2 hours. Meanwhile the heterogeneous result of galactose also did not show any levulinic acid but showed the highest conversion (46%) from hydrolysis reaction for 6 hours and the highest yield of formic acid (2%) from hydrolysis reaction for 6 hours.

Key Words : biomass, galactose, fructose, hydrolysis, H_2SO_4 0,1 M, acid catalyst $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$, levulinic acid
xiv+104 pages : 29 figures; 11 tables
Bibliography : 33 (1967-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vii
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Hipotesis	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Reaksi Hidrolisis.....	5
2.2 Galaktosa.....	6
2.3 Fruktosa.....	7
2.4 Hidroksi Metil Furfural.....	8
2.5 Asam Levulinat.....	8
2.6 <i>Coke</i>	9
2.7 Asam Format.....	9
2.8 Katalis.....	10
2.8.1 Katalis Heterogen.....	11
2.8.2 Alumina (Al_2O_3).....	12
2.8.3 Keasaman Alumina.....	13
2.8.4 Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$).....	14
2.8.5 Asam Sulfat.....	15
2.9 Karakterisasi katalis.....	16
2.9.1 Analisis Struktur Kristal Katalis dengan Difraksi Sinar-X	16
2.9.2 Analisis Luas Permukaan Katalis dengan Metode BET	18
2.9.3 Analisis Komposisi Unsur Katalis dengan XRF.....	19
2.10 Analisis Hasil Hidrolisis dengan High Performance Liquid Chromatography (HPLC).....	20
3. METODE PENELITIAN	23
3.1 Metode Penelitian.....	23
3.2 Alat dan Bahan.....	23
3.2.1 Alat.....	23

3.2.2 Bahan.....	24
3.3 Prosedur Kerja.....	24
3.3.1 Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	24
3.3.2 Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa dengan Katalis.....	25
4. PEMBAHASAN.....	27
4.1 Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	27
4.2 Karakterisasi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	30
4.2.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD).....	30
4.2.2 Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF).....	33
4.2.3 Analisis Luas Permukaan dengan Metode BET.....	34
4.2.4 Analisis Gugus Fungsi dengan Infra Merah.....	35
4.3 Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa.....	35
4.3.1 Hasil Reaksi Hidrolisis dengan Katalis Homogen.....	37
4.3.2 Hasil Reaksi Hidrolisis dengan Katalis Heterogen.....	38
4.3.3 Hasil Reaksi Hidrolisis tanpa Katalis.....	39
4.3.4 Analisis Hasil Reaksi Hidrolisis.....	41
4.3.4.1 Galaktosa dan Fruktosa.....	42
4.3.4.2 Asam Levulinat.....	46
4.3.4.3 Asam Format.....	47
4.3.5 Mekanisme Reaksi.....	51
5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	55
5.1 Kesimpulan.....	55
5.2 Saran.....	55
DAFTAR REFERENSI.....	56

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Struktur Galaktosa	6
Gambar 2.2.	Struktur Fruktosa	7
Gambar 2.3.	Struktur Hidroksi Metil Furfural	8
Gambar 2.4.	Struktur Asam Levulinat	9
Gambar 2.5.	Struktur Asam Format.....	10
Gambar 2.6.	Hubungan katalis dengan energi aktivasi.....	11
Gambar 2.7.	Sisi asam dan basa permukaan alumina	14
Gambar 2.8.	Skema produk-produk proses Bayer	15
Gambar 2.9.	Difraksi sinar-X pada suatu kristal	17
Gambar 2.10.	Skema Peralatan HPLC.....	21
Gambar 4.1.	<i>Scrap</i> Aluminium.....	27
Gambar 4.2.	Sol Aluminium Hidroksida [Al(OH) ₃].....	28
Gambar 4.3.	Katalis γ -Al ₂ O ₃ /SO ₄	30
Gambar 4.4.	Difraktogram Boehmite.....	31
Gambar 4.5.	Difraktogram katalis γ -Al ₂ O ₃ /SO ₄ ²⁻	32
Gambar 4.6.	Spektrum XRF katalis γ -Al ₂ O ₃ /SO ₄ ²⁻	34
Gambar 4.7.	Produk Hidrolisis Homogen.....	37
Gambar 4.8.	<i>Coke</i> yang terbentuk saat reaksi homogen.....	38
Gambar 4.9.	Produk Hidrolisis Heterogen.....	39
Gambar 4.10.	<i>Coke</i> yang terbentuk saat reaksi heterogen.....	39
Gambar 4.11.	Produk Hidrolisis Tanpa Katalis.....	40
Gambar 4.12.	<i>Coke</i> yang terbentuk dari reaksi tanpa katalis.....	40
Gambar 4.13.	Grafik Hubungan Persen Konversi Galaktosa.....	45
Gambar 4.14.	Grafik Hubungan Persen Konversi Fruktosa.....	46
Gambar 4.15.	Grafik Perbandingan Persen Yield Asam Format yang dihasilkan pada Reaksi Galaktosa.....	51
Gambar 4.16.	Grafik Perbandingan Persen Yield Asam Format yang dihasilkan pada Reaksi Fruktosa.....	51
Gambar 4.17.	Mekanisme Reaksi Hidrolisis Galaktosa.....	52
Gambar 4.18.	Mekanisme Reaksi Hidrolisis Fruktosa.....	53
Gambar 4.19.	Katalis γ -Al ₂ O ₃ /SO ₄	54

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Karakteristik Asam Sulfat.....	16
Tabel 4.1.	Data difraksi sinar-X Boehmite hasil sintesis dan standar	31
Tabel 4.2.	Data difraksi sinar-X katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ hasil sintesis dan standar.....	32
Tabel 4.3.	Data analisis XRF $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	33
Tabel 4.4.	Data Persen Konversi Galaktosa dan Fruktosa pada Reaksi Homogen.....	43
Tabel 4.5.	Data Persen Konversi Galaktosa dan Fruktosa pada Reaksi Heterogen	43
Tabel 4.6.	Data Persen Konversi Galaktosa dan Fruktosa Tanpa Katalis	44
Tabel 4.7.	Data Persen Yield Asam Levulinat pada Reaksi Homogen Fruktosa.....	47
Tabel 4.8.	Data Persen Yield Asam Format pada Reaksi Homogen Galaktosa dan Fruktosa.....	48
Tabel 4.9.	Data Persen Yield Asam Format pada Reaksi Heterogen Galaktosa dan Fruktosa.....	49
Tabel 4.10.	Data Persen Yield Asam Format pada Reaksi Tanpa Katalis Galaktosa dan Fruktosa.....	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Bagan Kerja.....	59
Lampiran 2.	Gambar Peralatan Reaksi.....	61
Lampiran 3.	Instrumen untuk Pengukuran.....	62
Lampiran 4.	Spektrum FT-IR Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	63
Lampiran 5.	Data Difraksi Sinar X Boehmite.....	64
Lampiran 6.	Data Difraksi Sinar X Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	66
Lampiran 7.	Data XRF Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$	68
Lampiran 8.	Data Pengukuran Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dengan Metode BET.....	69
Lampiran 9.	Data Kromatogram HPLC Standar Galaktosa.....	71
Lampiran 10.	Data Kromatogram HPLC Standar Fruktosa.....	75
Lampiran 11.	Data Kromatogram HPLC Standar Asam Levulinat.....	79
Lampiran 12.	Data Kromatogram HPLC Standar Asam Format.....	83
Lampiran 13.	Data Kromatogram HPLC Produk Reaksi dengan Katalis Homogen.....	87
Lampiran 14.	Data Kromatogram HPLC Produk Reaksi dengan Katalis Heterogen.....	93
Lampiran 15.	Data Kromatogram HPLC Produk Reaksi tanpa Katalis.....	99

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara agraris yang kaya akan biomasnya. Biomassa lignoselulosa ini tersedia dengan sangat melimpah dan murah. Sumber biomassa lignoselulosa antara lain:

1. Limbah pertanian / industri pertanian: jerami, tongkol jagung, sisa pangkasan jagung, onggok dan lain-lain.
2. Limbah perkebunan: bagas tebu, sisa pangkasan tebu, kulit buah kakao, kulit buah kopi dan lain-lain.
3. Limbah kayu dan kehutanan: sisa gergajian dan limbah *sludge* pabrik kertas.
4. Sampah organik: sampah rumah tangga dan sampah pasar.

Begitu banyaknya jumlah biomassa tersebut, maka perlu dipikirkan cara penanganan lebih lanjut agar nantinya biomassa lignoselulosa tidak menimbulkan masalah lingkungan dan bahkan dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar berbagai produk dengan daya guna dan nilai ekonomi yang jauh lebih tinggi.

Biomassa lignoselulosa sebagian besar terdiri dari campuran polimer karbohidrat (selulosa dan hemiselulosa), lignin dan abu. Selulosa merupakan polisakarida struktural yang tersusun atas monomer-monomer glukosa yang dihubungkan dengan ikatan β - 1,4-glikosida. Sedangkan hemiselulosa tersusun atas monomer gula berkarbon 5 (C-5) dan 6 (C-6), yaitu: xylosa, mannososa, glukosa, galaktosa, arabinosa, dan sejumlah kecil rhamnosa, asam glukoroat, asam metal glukoronat, dan asam galaturonat. Hidrolisis selulosa dan hemiselulosa dapat menghasilkan suatu senyawa berupa asam levulinat yang memiliki manfaat dan nilai jual yang tinggi.

Asam levulinat merupakan senyawa organik berupa asam keto yang tersusun atas karbon, hidrogen, dan oksigen. Asam ini berbentuk kristal putih yang larut dalam air, etanol, dan dietil eter. Senyawa turunan dari biomass ini bermanfaat untuk produksi senyawa kimia dan sebagai zat aditif untuk bahan bakar. Asam ini juga merupakan prekursor yang potensial untuk nylon (polimer), karet sintetis, dan plastik. Di bidang farmasi, asam levulinat juga merupakan intermediet sintetik yang digunakan dalam formulasi obat.

Asam levulinat dapat disintesis dari gula heksosa seperti galaktosa dan fruktosa. Reaksi ini diawali dengan pembentukan produk intermediet hidroksi metil furfural melalui reaksi dehidrasi. Selanjutnya hidroksi metil furfural akan mengalami reaksi hidrolisis yang dibantu dengan asam dan pemanasan menjadi asam levulinat serta asam format. Selain itu juga terjadi karbonisasi gula yang menghasilkan endapan berwarna coklat kehitaman (*coke*) akibat pemanasan yang terlalu lama.

Hidrolisis merupakan reaksi pemecahan oleh air dari molekul besar menjadi bagian-bagian yang lebih kecil yang merupakan komponen monomer dari senyawa itu sendiri. Reaksi hidrolisis yang banyak dikembangkan yaitu dengan menggunakan asam pekat, namun karena konsentrasinya yang pekat mengakibatkan adanya sisa asam yang tertinggal sehingga dikhawatirkan asam levulinat yang telah terbentuk dapat terdegradasi kembali. Hidrolisis dengan menggunakan asam encer membutuhkan pengenceran dan pemanasan asam sehingga reaksi bersifat korosif. Maka dibutuhkan inovasi baru dalam reaksi hidrolisis yang dapat menurunkan energi aktivasi dan dapat mempercepat reaksi.

Katalis adalah suatu zat yang dapat mempercepat suatu reaksi mencapai kesetimbangannya, tanpa dikonsumsi oleh proses reaksi. Katalis yang telah banyak digunakan dalam reaksi hidrolisis adalah katalis homogen asam, yaitu H_2SO_4 , asam perklorat, dan HCl. Katalis ini sudah terbukti dapat membantu reaksi hidrolisis. Namun katalis homogen tersebut memiliki kelemahan seperti proses pemisahan katalis dengan produk sukar dilakukan karena produk memiliki fasa yang sama dengan katalis. Selain itu dibutuhkan proses netralisasi produk. Oleh

karena itu, mulai dikembangkan katalis heterogen yang memiliki beberapa keuntungan seperti lebih mudah dalam pemisahan katalis dan produk, karena katalis dan produk memiliki fasa yang berbeda, yaitu katalis berfasa padat dan produk berfasa cair. Selain itu, penggunaan katalis heterogen juga memiliki dampak limbah yang lebih kecil terhadap lingkungan, jika dibandingkan dengan katalis homogen.

Pada penelitian ini telah dilakukan reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa dengan menggunakan katalis heterogen dan katalis homogen sebagai pembandingnya. Katalis heterogen yang digunakan berupa katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 / \text{SO}_4^{2-}$ dan katalis homogen yang digunakan sebagai pembanding adalah H_2SO_4 0,1 M. Dengan membandingkan hasil reaksi hidrolisis menggunakan kedua katalis tersebut dapat diketahui aktivitas dari masing-masing katalis dalam mengkonversi reaktan menjadi produk yaitu asam levulinat seperti yang diharapkan.

1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian ini akan dilakukan reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa dengan menggunakan dua buah katalis yaitu katalis homogen H_2SO_4 0,1 M dan katalis heterogen $\gamma\text{-Alumina}$ yang dimodifikasi dengan H_2SO_4 . Selama ini reaksi hidrolisis telah banyak dilakukan dengan katalis homogen asam maka untuk membandingkannya dilakukan dengan menggunakan katalis heterogen yang diharapkan dapat menghasilkan asam levulinat dengan persen yield yang cukup baik dan katalis mudah untuk dipisahkan dari campuran reaksi. Dari studi ini akan diketahui aktivitas dari kedua katalis tersebut pada reaksi hidrolisis dengan melihat persen konversi dari galaktosa dan fruktosa serta persen yield dari asam levulinat dan asam format yang dihasilkan. Selain itu, proses karbonisasi dari galaktosa dan fruktosa akan membentuk endapan *coke*.

1.3 Hipotesis

Reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa dapat dikatalisis dengan menggunakan katalis asam homogen dan heterogen. Katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ mempunyai aktivitas yang cukup baik pada reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa serta dapat menghasilkan produk hidrolisis seperti hidroksi metil furfural (HMF), asam levulinat dan asam format.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk :

1. Mensintesis katalis γ -Alumina yang dimodifikasi dengan H_2SO_4 dan mengkarakterisasi katalis tersebut.
2. Menggunakan katalis γ -Alumina yang dimodifikasi dengan H_2SO_4 untuk menghasilkan asam levulinat dari hasil reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa.
3. Menguji aktivitas dan selektivitas katalis heterogen γ -Alumina yang dimodifikasi dengan H_2SO_4 pada reaksi hidrolisis dan membandingkannya dengan katalis homogen H_2SO_4 0,1 M.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Reaksi Hidrolisis

Hidrolisis adalah peristiwa pemecahan molekul besar menjadi bagian-bagian yang lebih kecil yang merupakan komponen monomer dari senyawa itu sendiri. Proses hidrolisis ini menggunakan air sebagai pemecahnya. Hidrolisis dapat dilakukan dengan dua cara yaitu hidrolisis secara kimia dan hidrolisis secara enzimatik.

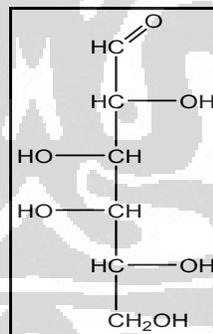
Reaksi hidrolisis secara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan asam encer maupun asam pekat. Penggunaan asam encer pada proses hidrolisis dilakukan pada temperatur dan tekanan tinggi dengan waktu reaksi yang singkat. Temperatur yang dibutuhkan adalah mencapai 200°C. Asam encer yang digunakan adalah 0,2-4% berat (Nguyen & Tucker, 2002). Selain asam encer, proses hidrolisis juga dapat dilakukan dengan menggunakan asam pekat. Penggunaan asam pekat pada proses hidrolisis dilakukan pada temperatur yang lebih rendah daripada asam encer. Konsentrasi asam yang digunakan adalah 10-30% (Zimbardi et.al). Sumber asam yang biasa digunakan adalah asam sulfat. Keuntungan dari penggunaan asam pekat ini adalah konversi gula yang dihasilkan tinggi, yaitu bisa mencapai konversi 90% (Badger, 2002). Kekurangan reaksi ini adalah waktu reaksi yang dibutuhkan lebih lama dan membutuhkan proses penetralan.

Reaksi hidrolisis juga dapat dilakukan secara enzimatik. Enzim merupakan protein alam yang dapat mengkatalisis reaksi tertentu. Untuk dapat bekerja, enzim harus kontak langsung dengan substrat yang akan dihidrolisis. Keuntungan hidrolisis secara enzimatik adalah efisiensi reaksi tinggi karena enzim bersifat selektif sehingga pembentukan produk samping bisa diminimalisasi, kondisi reaksi temperatur dan tekanan tidak tinggi, bahkan bisa dilakukan pada temperatur ruang dan tekanan atmosfer sehingga tidak membutuhkan peralatan khusus untuk reaksi. Sedangkan kekurangan proses hidrolisis secara enzimatik adalah waktu reaksi yang dibutuhkan lebih lama, bisa mencapai 72 jam.

2.2 Galaktosa

Galaktosa atau *brain sugar* merupakan jenis gula yang kurang manis dibandingkan glukosa dan tidak begitu larut dalam air. Galaktosa merupakan bahan pemanis yang bergizi karena dapat menghasilkan energi. Galaktosa terdapat dalam disakarida laktosa, dalam keadaan terikat dengan glukosa (Fessenden & Fessenden, 1989). Gula ini ditemukan pada produk olahan susu, gula bit dan getah lainnya. Galaktosa juga disintesis di dalam tubuh yang merupakan bagian dari glikolipid dan glikoprotein pada beberapa jaringan.

Galaktosa merupakan monosakarida yang tersusun atas enam atom karbon atau disebut juga heksosa. Galaktosa memiliki rumus molekul $C_6H_{12}O_6$ dengan massa molekul $180,156 \text{ g mol}^{-1}$. Galaktosa memiliki gugus aldehyd ($-CHO$) yang dapat mereduksi larutan Cu_2SO_4 membentuk endapan merah bata. Dalam larutan air, galaktosa dapat bereaksi intramolekul untuk menghasilkan *hemiasetal siklik*, baik hemiasetal cincin lima (digunakan gugus hidroksil pada karbon 4) atau hemiasetal cincin enam (digunakan gugus hidroksil pada karbon 5) (Fessenden & Fessenden, 1989).

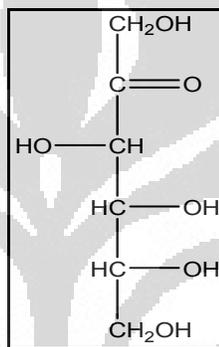


Gambar 2.1 Struktur D-galaktosa

Galaktosa mempunyai sifat memutar bidang cahaya terpolarisasi ke kanan. Kelarutan galaktosa dalam air adalah 68,30 gram per 100 gram air pada suhu $20-25^\circ\text{C}$. Sedangkan galaktosa memiliki titik leleh pada 167°C .

2.3 Fruktosa

Fruktosa merupakan gula yang lebih manis dibandingkan glukosa dan gula tebu/sukrosa. Tingkat kemanisan fruktosa relatif tinggi terutama dalam bentuk cincin 5. Fruktosa ditemukan pada madu lebah dan buah-buahan, maupun dalam sukrosa dalam keadaan terikat dengan glukosa (Fessenden & Fessenden, 1989). Monosakarida ini tersusun atas enam atom karbon atau disebut juga heksosa. Fruktosa memiliki rumus molekul $C_6H_{12}O_6$ dengan massa molekul 180,156 g mol^{-1} . Fruktosa memiliki titik leleh pada 103 – 105°C (217 - 221°F).



Gambar 2.2 Struktur Fruktosa

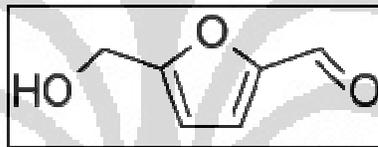
Walaupun memiliki gugus keton ($-\text{C}=\text{O}$), fruktosa juga merupakan gula pereduksi. Hal tersebut karena fruktosa dapat membentuk dua aldehida sebagai zat antara pada reaksi tautomerik enadiol. Fruktosa mempunyai sifat memutar bidang cahaya terpolarisasi ke kiri yang disebut juga levulosa (Fessenden & Fessenden, 1989).

Dalam larutan air, fruktosa dapat bereaksi intramolekul untuk menghasilkan *hemiketal siklik*, baik hemiketal cincin lima (digunakan gugus hidroksil pada karbon 4) atau hemiketal cincin enam (digunakan gugus hidroksil pada karbon 5). Meskipun fruktosa dapat membentuk suatu hemiketal siklik cincin enam, tetapi monosakarida ini dalam bentuk furanosa (hemiketal cincin lima) dalam sukrosa (Fessenden & Fessenden, 1989).

2.4 Hidroksi Metil Furfural (HMF)

Hidroksi Metil Furfural (HMF), atau 5-(Hidroksi metil)furfural merupakan senyawa organik yang berbentuk padatan tidak berwarna dan sangat larut dalam air. HMF berasal dari furan, yang mengandung gugus fungsional aldehyd dan hidroksi. HMF merupakan produk intermediet yang dapat diperoleh dari reaksi hidrolisis gula menjadi asam levulinat. HMF dihasilkan melalui reaksi dehidrasi gula.

HMF sangat potensial sebagai bahan baku dalam pembuatan bahan bakar kendaraan dan zat-zat kimia. HMF dapat dikonversi menjadi 2,5-dimethylfuran (DMF) yang merupakan bahan bakar organik yang dipercaya lebih unggul dibandingkan dengan etanol. Selain itu, oksidasi dari HMF dapat menghasilkan asam 2,5-furan dikarboksilat yang dapat menggantikan asam tereftalat pada produksi plastik.



[Sumber: <http://en.wikipedia.org/wiki/Hydroxymethylfurfural>]

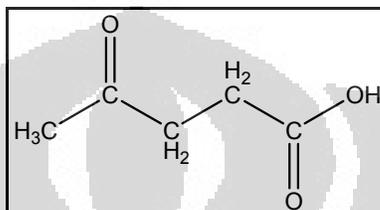
Gambar 2.3 Struktur Hidroksi Metil Furfural

Nama IUPAC	: 5-(hydroxymethyl)-2-furaldehyde
Rumus molekul	: C ₆ H ₆ O ₃
Massa molar	: 126,11 g/mol
Massa Jenis	: 1,29 g/cm ³
Titik leleh	: 30–34 °C
Titik Didih	: 114–116 °C (1 mbar)
Flash Point	: 79 °C

2.5 Asam Levulinat

Asam Levulinat atau *4-oxopentanoic acid* merupakan senyawa organik yang memiliki rumus molekul C₅H₈O₃. Asam Levulinat merupakan asam keto. Asam ini berbentuk kristal putih yang larut dalam air, etanol, dan dietil eter.

Sinonim	: β -Acetylpropionic acid, 3-Acetopropionic acid, d β -acetylpropionic acid, γ -ketovaleric acid, 4-oxopentanoic acid
Massa Jenis	: 1,1447 g/cm ³
Titik didih	: 245-246 °C
Titik leleh	: 33-35 °C



Gambar 2.4 Struktur Asam Levulinat

Senyawa turunan dari biomass ini sangat reaktif dan memiliki banyak manfaat. Asam levulinat merupakan pelarut yang baik untuk senyawa-senyawa aromatik pada minyak mentah. Selain itu asam levulinat dapat bermanfaat sebagai agen anti-knock pada bahan bakar. Senyawa ester dari asam levulinat bermanfaat sebagai plasticizer untuk celluloseesters. Pseudo esternya juga digunakan sebagai pelarut cat dan pernis.

2.6 *Coke*

Coke merupakan endapan berwarna coklat gelap yang tidak larut dalam air dan berbagai pH larutan baik dalam asam maupun basa. *Coke* dapat diperoleh dari HMF atau asam levulinat atau asam format yang terdegradasi lebih lanjut (Lourvanij, 1996). *Coke* merupakan partikel teraglomerasi yang mengandung atom C dan atom H dengan diameter antara 5-10 μm (B.Girisuta, 2005).

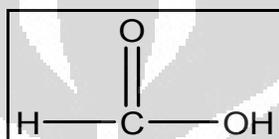
2.7 Asam Format

Asam format atau asam metanoat merupakan asam karboksilat yang paling sederhana. Asam ini berupa larutan bening yang tidak berwarna. Asam format memiliki bau yang menyengat dan tajam. Asam format secara alami

terdapat pada sengat lebah dan semut. Asam format memiliki rumus molekul HCOOH dengan berat molekul sebesar 46,0256 g/mol.

Asam format bersifat korosif. Karbon monoksida dan karbon dioksida dapat terbentuk dari asam format yang terdekomposisi oleh panas. Asam ini juga akan bereaksi secara eksplosif apabila dicampur dengan agen pengoksidasi.

Asam format merupakan senyawa intermediet (senyawa antara) yang penting dalam banyak sintesis kimia. Asam format bermanfaat pada industri tekstil, karet, makanan, dan kerajinan. Asam format juga digunakan sebagai agen pembersih.



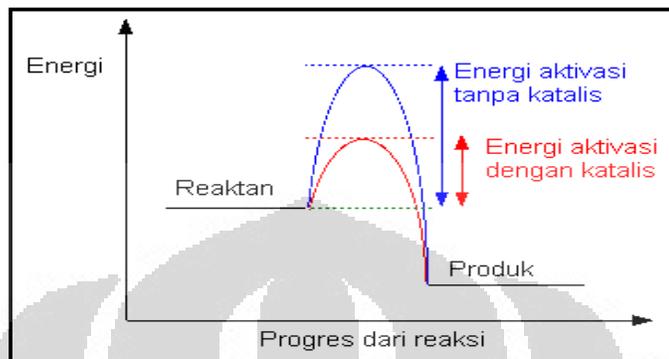
Gambar 2.5 Struktur Asam Format

Sinonim	: Aminic acid; Methanoic acid; formylic acid; Hydrogenecarboxylic acid
Titik leleh	: 8 °C (46 °F)
Flash Point	: 50 °C (122 °F)
Titik didih	: 101 °C
Massa Jenis	: 1,2
Tekanan uap	: 40 mmHg pada 24°C
Massa jenis uap	: 1,6 pada 19 °C

2.8 Katalis

Katalis merupakan suatu bahan yang dapat meningkatkan kecepatan reaksi sehingga mencapai kesetimbangan tanpa terlibat di dalam reaksi secara permanen. Katalis bekerja dengan menurunkan tingkat energi aktivasi yang dibutuhkan dalam reaksi. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk. Dengan menurunnya energi aktivasi untuk pembentukan produk, maka tiap satuan waktu semakin banyak molekul–molekul yang mencapai

energi minimum tersebut, sehingga waktu yang dibutuhkan dalam pembentukan produk pun dapat diperkecil, atau dengan kata lain reaksinya semakin cepat (Fauziah, 2009).



[Sumber: Fauziah, 2009]

Gambar 2.6 Hubungan katalis dengan energi aktivasi

Berdasarkan fasanya, katalis dapat dibagi kedalam 3 kelompok yaitu:

1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama. Katalis homogen berfasa cair, begitu pula dengan reaktan juga berfasa cair atau gas.

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Katalis heterogen memiliki fasa padat, sedangkan reaktan memiliki fasa cair atau gas.

3. Katalis Enzim

Katalis enzim adalah molekul protein dengan ukuran koloid, yang memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan katalis heterogen.

2.8.1 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan. Dengan kata lain, interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa

yang berbeda. Kelebihan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen adalah proses pemisahannya dengan produk yang dihasilkan lebih mudah, diperlukan dalam jumlah yang lebih sedikit, korosi pada reaktor minimal, dan pada umumnya dapat diregenerasi untuk mendapatkan katalis yang hampir sama dengan katalis yang belum dipakai dalam reaksi katalisis (Jannah, 2008).

Pada proses katalis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) sebagai berikut (Wibowo, 2004) :

- a. Transport reaktan ke permukaan katalis.
- b. Interaksi antara reaktan dengan katalis (proses adsorpsi pada permukaan katalis).
- c. Reaksi antara spesies-spesies teradsorpsi menghasilkan produk.
- d. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
- e. Transport produk menjauhi katalis.

Umumnya katalis heterogen tersusun atas komponen-komponen yang mendukung fungsi kerjanya yaitu pusat aktif yang merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi untuk mempercepat reaksi, penyangga yang merupakan tempat terdistribusinya inti aktif dan berfungsi untuk menaikkan luas permukaan pusat aktif dan menghasilkan kekuatan mekanik bahan katalis, dan bagian promotor yang berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis seperti aktivitas, stabilitas dan selektivitas katalis.

2.8.2 Alumina (Al_2O_3)

Alumina merupakan oksida aluminium dan mempunyai sifat sebagai insulator panas dan insulator listrik yang baik dan tahan terhadap temperatur tinggi sehingga sering dipakai sebagai katalis atau padatan pendukung katalis. Alumina mempunyai sifat yang keras, relatif stabil pada temperatur tinggi, struktur pori-pori yang besar, mudah dibentuk dan memiliki titik leleh yang tinggi. Karakteristik ini menyebabkan alumina banyak digunakan sebagai adsorben, katalis, amplas, dan dalam bidang industri kimia lain.

Selain dipakai sebagai katalis, alumina juga dipakai sebagai zat padat pendukung. Zat padat pendukung dapat meningkatkan stabilitas dan memperluas

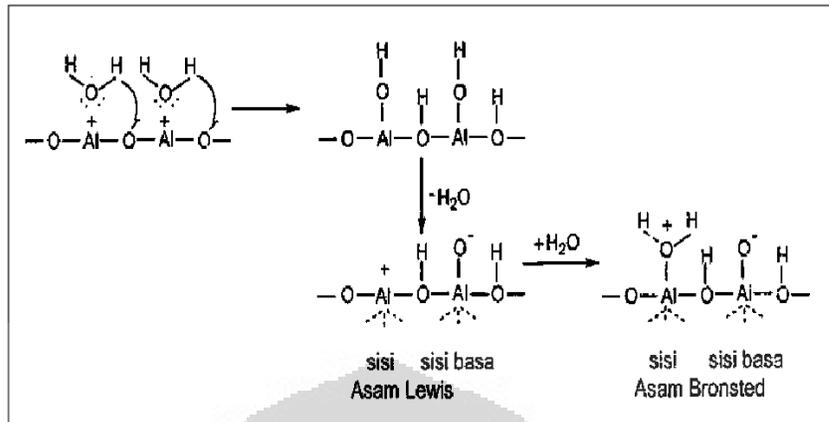
permukaan fasa aktif katalis, dengan terjadinya dispersi pada permukaan pendukungnya. Luas permukaan padatan katalis yang sangat besar sangat diperlukan dalam reaksi katalitik. Reaksi katalitik yang berlangsung pada permukaan mengalami peningkatan sebanding dengan luas permukaan katalis.

Alumina terdapat dalam dua bentuk, yaitu anhidrat dan terhidrat. Dalam bentuk hidrat (aluminium hidroksida), terdiri dari kandungan gugus hidroksida dan oksida hidroksida. Senyawa yang termasuk golongan alumina hidrat antara lain Gibbsite (α -aluminium trihidrat/ α -Al(OH)₃), Bayerite (β -aluminium trihidrat/ β -Al(OH)₃), Boehmite (α -aluminium oksida hidroksida/ α -AlO(OH)), dan gel alumina. Sedangkan dalam bentuk anhidratnya, alumina terbagi menjadi dua, yaitu alumina stabil atau α -Al₂O₃ dan alumina transisi yang disebut juga alumina metastabil, karena fasa alumina ini dapat diubah menjadi fasa α -Al₂O₃ dengan pemanasan lebih lanjut (Fauziah, 2009).

2.8.3 Keasaman Alumina

Pada dasarnya alumina bersifat amfoter, karena mengandung sisi asam dan basa dengan kekuatan yang berbeda bergantung pada cara pembuatannya. Sisi-sisi permukaan ini dihasilkan dari dehidroksilasi permukaan alumina oleh suhu tinggi (Tanabe, K., et al).

Sisi asam Lewis (sisi yang mampu menerima elektron) digambarkan sebagai koordinasi atom aluminium yang tidak lengkap dan terbentuk akibat dehidrasi pada suhu yang tinggi dan mengakibatkan terbentuknya anion oksigen pada permukaan aluminium sebagai sisi basa Lewisnya. Sisi asam Brønsted (sisi yang mendonorkan proton) pada alumina digambarkan sebagai ion Al³⁺ yang mengadsorpsi molekul H₂O sehingga keelektronegatifan sisi asam Lewis akan menurun karena pasangan elektron bebas oksigen dari molekul air akan disumbangkan ke sisi asam Lewisnya dan muatan negatif oksigen yang berada pada sisi basa menjadi lebih elektronegatif.



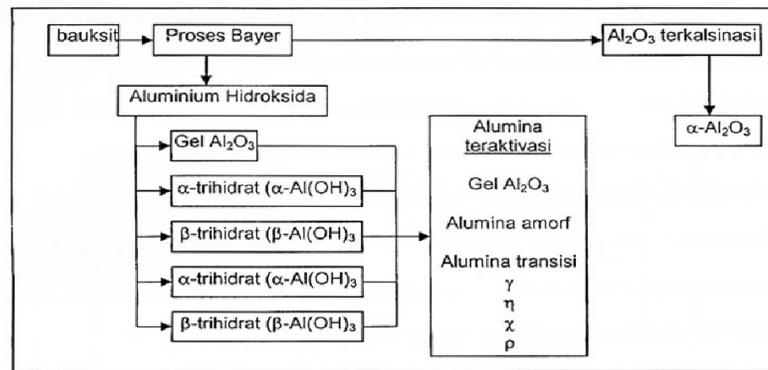
Gambar 2.7 Sisi asam dan basa permukaan alumina

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

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) merupakan alumina transisi yang banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben karena mempunyai luas permukaan yang besar ($150\text{-}300\text{ m}^2/\text{g}$), volume pori yang besar ($0,51\text{ cm}^3/\text{g}$) dan diameter pori yang besar ($3\text{-}12\text{ nm}$). Selain itu $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ stabil dalam proses katalisis dan pada suhu tinggi, mudah dibentuk dalam proses pembuatannya dan tidak mahal. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terbentuk melalui pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ pada suhu $500\text{-}800^\circ\text{C}$. Pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ menyebabkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar.

Pembuatan alumina biasanya melalui proses Bayer. Alumina di alam ditemukan dalam bentuk hidroksida tidak murni dan merupakan penyusun utama bauksit. Pada proses Bayer dilakukan penghilangan pengotor seperti SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 yang terdapat di dalam bauksit, sehingga akan menghasilkan Al_2O_3 dengan kemurnian $99,5\%$.

Pembuatan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat dilakukan dari larutan garam yang mengandung 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 pH karena penambahan basa.



[Sumber: Fauziah, 2009]

Gambar 2.8 Skema produk-produk proses Bayer

Pada rentang pH antara 3-7 endapan akan membentuk gel dari mikrokristal boehmite ($\text{AlO}(\text{OH})$) dan dengan pemanasan lebih lanjut akan membentuk γ - Al_2O_3 amorf. Jika endapan terbentuk pada pH 8-9 maka akan membentuk endapan gel dan kristal boehmite. Bila dilakukan *aging* pada temperatur 40°C maka akan terbentuk bayerite $\text{Al}(\text{OH})_3$. Gel bayerite bila disaring, dicuci, dan dikalsinasi akan menghasilkan η - Al_2O_3 . Bayerite yang mengalami proses *aging* lebih lanjut pada temperatur yang lebih tinggi yaitu 80°C akan menghasilkan boehmite yang lebih kristalin. Setelah disaring, dicuci, dan dikalsinasi pada temperatur 500°C , boehmite ini akan membentuk γ - Al_2O_3 .

2.8.5 Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat mempunyai rumus kimia H_2SO_4 , merupakan asam mineral (anorganik) yang kuat. Zat ini larut dalam air pada semua perbandingan. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan, termasuk dalam kebanyakan reaksi kimia. Kegunaan utama termasuk pemrosesan bijih mineral, sintesis kimia, pemrosesan air limbah dan pengilangan minyak. Reaksi hidrasi (pelarutan dalam air) dari asam sulfat adalah reaksi eksoterm yang kuat. Jika air ditambah kepada asam sulfat pekat, terjadi pendidihan. Sehingga diharuskan menambahkan asam kepada air, bukan sebaliknya. Reaksi antara asam sulfat dengan air akan membentuk ion hidronium:



Asam sulfat bersifat mengeringkan sehingga menjadi agen pengering yang baik untuk digunakan dalam pengolahan buah-buahan kering. Di atmosfer, zat ini termasuk salah satu bahan kimia yang menyebabkan hujan asam (Fauziah, 2009). Karakteristik dari asam sulfat dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2.1 Karakteristik asam sulfat

Rumus Molekul	H ₂ SO ₄
Berat Molekul	98,078 g/mol
Penampilan	Bening, tak berbau
Densitas	1,84 g cm ⁻³ , cairan
Titik Leleh	10 °C, 283 K, 50 °F
Titik Didih	290 °C, 563 K, 554 °F (asam murni. 98% larutan mendidih pada 338°C)
Kelarutan dalam Air	tercampur penuh (eksotermik)
Viskositas	26,7 cP pada 20°C

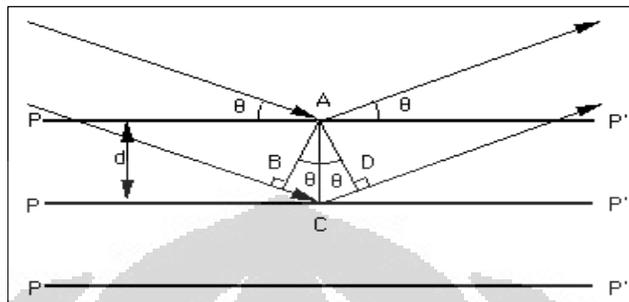
2.9 Karakterisasi Katalis

2.9.1 Analisis Struktur Kristal Katalis dengan Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dari suatu padatan dengan cara hamburan sinar-X. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm, yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dikenakan pada 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 (Hura, 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 (Jannah, 2008).



[Sumber: Fauziah, 2009]

Gambar 2.9 Difraksi sinar-X pada suatu kristal

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

Dapat dituliskan sebagai berikut:

$$BC+CD=n\lambda, \text{ dimana } n=\text{orde difraksi}$$

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

$$n\lambda=2d\sin\theta \quad (\text{persamaan Bragg})$$

keterangan: d =jarak antara kristal

θ =sudut difraksi

λ =panjang gelombang sinar-X.

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

$$2\theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

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

2.9.2 Analisis Luas Permukaan Katalis dengan Metode BET

Prinsip pengukuran luas permukaan katalis adalah adsorpsi fisis. Salah satu prosedur pengukuran permukaan yang paling sering digunakan adalah metode Brunauer-Emmet-Teller (BET) yang melibatkan persamaan BET. Peralatan BET merupakan alat yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan berpori dan juga untuk menentukan ukuran dan volume pori-porinya. Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas N₂ pada padatan permukaan berpori (Nurhayati, 2008).

Sampel yang akan dianalisis dengan berat yang diketahui diletakkan dalam tabung yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan (150°C atau 350-400°C) di bawah vakum (10⁻⁴ Torr) untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel (berulang kali dilakukan degassing). 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 N₂.

Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah N₂ yang teradsorpsi. Bertambahnya secara bertahap volume N₂ yang diadsorpsi pada keadaan awal menunjukkan adsorpsi monolayer, dan dilanjutkan dengan adsorpsi multilayer. Volum dari adsorpsi monolayer ditentukan dengan cara ekstrapolasi ke tekanan nol. Digunakan persamaan BET:

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

Dimana:

- P = tekanan
- V_{ads} = volume gas yang diadsorpsi pada tekanan P
- P₀ = tekanan jenuh, biasanya 200-400 Torr
- V_m = volume gas yang diadsorpsi pada lapisan monolayer
- C = tetapan BET (yang menunjukkan adanya interaksi adsorben-adsorbat) yang berkaitan dengan entalpi adsorpsi

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

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

Total luas permukaan dari sampel:

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

Di mana A_m adalah luas penampang molekul adsorbat, yang untuk N_2 adalah $16,2 \text{ \AA}^2$ dan N adalah bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul/mol). Luas Permukaan Spesifik (LPS) padatan dapat dihitung dengan cara membagi total luas permukaan dengan berat sampel w :

$$LPS = SA/w$$

Hasil pengukuran untuk luas permukaan katalis dapat dibagi menjadi (Septiana, 2009) :

1. Rendah (low surface area) yaitu kurang dari $10 \text{ m}^2/\text{g}$
2. Sedang (moderate surface area) yaitu antara $50 \text{ m}^2/\text{g} - 100 \text{ m}^2/\text{g}$
3. Tinggi (high surface area) yaitu antara $200 \text{ m}^2/\text{g} - 500 \text{ m}^2/\text{g}$
4. Sangat tinggi (very high surface area) yaitu lebih besar dari $800 \text{ m}^2/\text{g}$

Untuk ukuran pori katalis, menurut IUPAC dapat dikelompokkan menjadi:

1. Mikropori (berpori kecil) dengan diameter kurang dari 2 nm
2. Mesopori (berpori sedang) dengan diameter antara 2-50 nm
3. Makropori (berpori besar) dengan diameter lebih dari 50 nm

2.9.3 Analisis Komposisi Unsur Katalis dengan 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 padatan maupun serbuk. Kelemahan metode ini adalah tidak dapat

mengetahui senyawa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material dan tidak dapat menganalisis unsur di bawah nomor atom 10.

Analisis menggunakan sinar-X dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-X karakteristik yang terjadi sebagai akibat dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik merupakan 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 karakteristik yang kemudian ditangkap oleh detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam material tersebut. Jenis spektrum X-Ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda (Jannah, 2008).

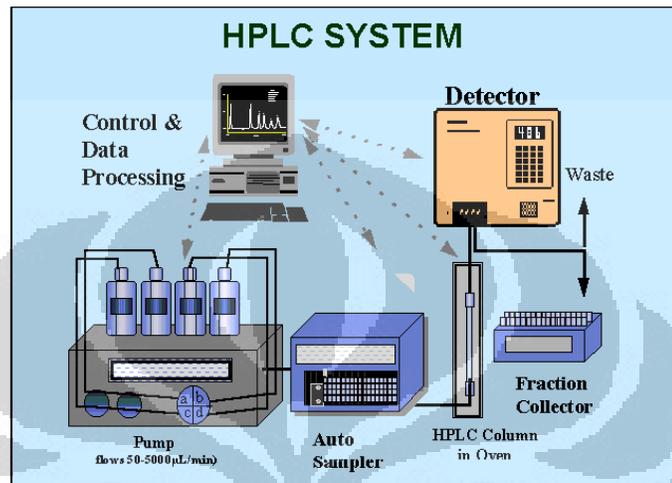
2.10 Analisis Hasil Hidrolisis dengan High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Kromatografi merupakan teknik analisis yang telah banyak digunakan mulai dari gas kromatografi sampai pada kromatografi cair. HPLC atau *High Performance Liquid Chromatography* merupakan perkembangan tingkat tinggi dari kromatografi kolom. Sistem ini terdiri dari fasa diam dengan permukaan aktifnya berupa padatan, larutan, resin penukar ion atau polimer berpori. Fasa diam ini ditempatkan pada kolom serta dialiri fasa gerak 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 relatif singkat.
5. Untuk keperluan preparatif dapat dilakukan dalam skala besar.

Peralatan HPLC terdiri dari tempat pelarut, pompa, tempat injeksi sampel, kolom, detektor dan rekorder. Selain itu ada jenis alat HPLC yang dilengkapi dengan *auto sampler* sehingga injeksi sampel dapat dilakukan oleh alat secara otomatis. Berikut adalah gambar skema alat HPLC yang digunakan.



[Sumber: <http://www.forumsci.co.il/HPLC/index.html>]

Gambar 2.10 Skema Peralatan HPLC

Kolom merupakan bagian yang sangat penting dari peralatan HPLC. Sampel yang masuk kedalam HPLC, terlebih dahulu akan masuk kedalam kolom. Di dalam kolom, sampel tersebut akan dipisah-pisah menurut ikatan kimianya terutama rantai karbonnya. Senyawa yang mempunyai rantai karbon panjang, akan terdeteksi paling akhir. Didalam kolom, senyawa kompleks tersebut dipanaskan menurut ketentuan penggunaan kolom (Biorad, 1998). Pemilihan kolom merupakan langkah yang pertama dan utama untuk penggunaan kromatografi. Ketepatan dalam pemilihan kolom sangat berpengaruh terhadap performan kromatogram (Supelco, 1992). Jenis kolom yang dipakai harus sesuai dengan kondisi optimal dan juga sesuai dengan tujuan analisis (Biorad, 1998). Pemilihan kolom HPLC didasarkan pada jenis fasa gerak dan sifat-sifat sampel. Sifat sampel dan fasa gerak tersebut dibedakan atas kepolarannya baik kepolaran rendah, sedang atau tinggi. Selain itu dilihat sifat kelarutan sampel apakah larut dalam hidrokarbon, alkaloid atau larut dalam lemak (Sunardi, 2006).

Suatu detektor dibutuhkan untuk mendeteksi adanya komponen sampel di dalam kolom (analisis kualitatif) dan menghitung kadarnya (analisis kuantitatif). Detektor yang baik memiliki sensitifitas yang tinggi, gangguan (noise) yang rendah, kisar respons linier yang luas, dan memberi respons untuk semua tipe senyawa. Detektor HPLC yang umum digunakan adalah detektor UV dan detektor Indeks Refraksi.

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-senyawa yang berbeda memiliki waktu retensi yang berbeda. 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 dari jenis materialnya, 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. Pemilihan fasa gerak juga harus diperhatikan dimana fasa gerak tersebut tidak boleh tercampur dengan fasa diam, harus memiliki kekentalan yang rendah agar dapat mengalir dalam kolom, serta kemurniannya tinggi dan stabil (Sunardi, 2006).

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini diawali dengan pembuatan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dari bahan dasar scrap aluminium. Setelah katalis tersebut terbentuk dilakukan karakterisasi katalis dengan menggunakan alat XRD, XRF, dan BET. Katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ selanjutnya digunakan untuk reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa secara katalisis homogen dengan asam sulfat 0,1M dan katalisis heterogen dengan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$. Reaksi hidrolisis dilakukan menggunakan autoklaf yang direndam dalam minyak silikon pada suhu 140°C dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Pelarut aquademin digunakan untuk reaksi katalisis heterogen. Setelah reaksi selesai dilakukan uji HPLC untuk mengetahui persen konversi dari galaktosa dan fruktosa. Selain itu dari uji HPLC dapat diketahui yield dari produk hidrolisis seperti asam levulinat dan asam format.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

a. Pembuatan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

- | | |
|----------------------|-----------------------|
| 1. Peralatan gelas | 7. Furnace |
| 2. Neraca analitik | 8. pH indikator |
| 3. <i>Crucible</i> | 9. Pompa vakum |
| 4. <i>Oven</i> | 10. Penyaring Buchner |
| 5. Kertas saring | 11. Buret |
| 6. Alat sentrifugasi | |

b. Karakterisasi Katalis

1. Difraktometer sinar-X (Philips PW 2213/20)
2. Fluoresensi sinar-X
3. Alat uji BET (Quantachrome Novawin2)
4. Spektrofotometer FT-IR (IR Prestige 21 Shimadzu)

c. Reaksi Hidrolisis

- | | |
|----------------------------|------------------------|
| 1. Autoklaf | 5. Botol-botol vial |
| 2. Kotak besi dengan tutup | 6. Labu effendof |
| 3. <i>Hotplate stirrer</i> | 7. Alat sentrifugasi |
| 4. <i>Stirrer bar</i> | 8. <i>Thermocouple</i> |

d. Karakterisasi Produk Hasil Hidrolisis

- HPLC (Hitachi LC2000) dengan kolom Bio-Rad Organic Acid Aminex HPX-87H

3.2.2 Bahan

a. Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1. Scrap Aluminium | 5. $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 4% |
| 2. H_2SO_4 | 6. Akuademin |
| 3. NH_4OH 6,5 M (PT.Bratachem) | |
| 4. BaCl_2 | |

b. Reaksi Hidrolisis

- | | |
|--|-------------------|
| 1. Galaktosa | |
| 2. Fruktosa (Lab Organik Kimia UI) | 5. Akuademin |
| 3. H_2SO_4 0,1 M | 6. Minyak silikon |
| 4. Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ | |

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Pembuatan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dimulai dengan membersihkan scrap aluminium dari pengotornya dengan cara dicuci dengan air, lalu dikeringkan. Kemudian scrap aluminium dilarutkan ke dalam H_2SO_4 6,25 M dengan dibantu sistem refluks. Setelah itu larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ini disaring untuk diambil filtratnya.

Selanjutnya filtrat tersebut diuapkan dan ditambahkan aquademin hingga tidak terlalu pekat. Kemudian larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ini disentrifugasi untuk memisahkannya dari pengotor. Larutan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ selanjutnya ditambahkan dengan larutan NH_4OH 6,5 M secara perlahan-lahan dengan menggunakan buret sambil dilakukan pengadukan konstan dengan menggunakan stirrer. Penambahan NH_4OH dihentikan sampai terbentuk endapan gel berwarna putih pada pH larutan 9-10.

Endapan gel $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang terbentuk diaging dalam botol propilen yang dipanaskan dalam penangas air pada suhu 80°C selama 96 jam. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquademin sampai pHnya netral dan bebas ion SO_4^{2-} yang diuji dengan larutan BaCl_2 . Setelah itu endapan ditambahkan dengan larutan ammonium asetat 4% sampai terbentuk suspensi. Selanjutnya suspensi disaring dan dibilas dengan aquademin. Hasil penyaringan dibentuk pellet dan dikeringkan di oven pada suhu 140°C selama 16 jam.

Padatan yang telah dioven ditambahkan (diimpregnasi) dengan H_2SO_4 1 N selama 1-2 jam. Setelah itu dilakukan dekantasi dan dicuci dengan aquademin. Kemudian dikeringkan di oven pada suhu 140°C selama 16 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 650°C selama 4 jam. Hasil yang diperoleh merupakan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ yang selanjutnya dikarakterisasi dengan instrumen XRD, XRF, BET dan FT-IR.

3.3.2 Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa dengan Katalis

a. Proses Hidrolisis dengan H_2SO_4 0,1 M

Reaksi hidrolisis dilakukan dengan cara mencampurkan 0,18 gram galaktosa/ fruktosa dengan katalis H_2SO_4 0,1 M ke dalam autoklaf kemudian dimasukkan ke dalam kotak besi berisi minyak silikon dan ditutup. Campuran dipanaskan di atas *hotplate stirrer* dan dilakukan pengadukan konstan selama waktu tertentu. Suhu yang digunakan adalah 140°C dengan variasi waktu reaksi 2 jam, 4 jam, dan 6 jam.

Setelah reaksi berlangsung selama waktu yang telah ditentukan, campuran reaksi kemudian dibiarkan dingin dalam ember berisi air. Kemudian dilakukan pengujian secara kualitatif dan kuantitatif dengan instrumen HPLC.

b. Proses Hidrolisis dengan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Reaksi hidrolisis dilakukan dengan cara mencampurkan 0,18 gram galaktosa/ fruktosa dengan 0,018 gram katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dan 10 mL akuademin ke dalam autoklaf kemudian dimasukkan ke dalam kotak besi berisi minyak silikon dan ditutup. Campuran dipanaskan di atas *hotplate stirrer* pada suhu 140°C dan dilakukan pengadukan konstan. Dilakukan variasi waktu reaksi selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam.

c. Proses Pemurnian Produk

Baik reaksi yang menggunakan katalis homogen dan heterogen dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat dari endapan *coke* yang terbentuk. Selain itu penyaringan pada reaksi heterogen juga berfungsi untuk memisahkan katalis dari produk. Setelah disaring, produk tersebut diencerkan sebanyak 20 kali dan disentrifugasi selama lima menit yang selanjutnya dapat dianalisis dengan menggunakan instrumen HPLC.

d. Uji Kemurnian Produk

Produk yang dihasilkan akan dianalisis dengan menggunakan instrumentasi HPLC untuk dapat mengetahui senyawa apa saja yang sudah terbentuk dari reaksi hidrolisis tersebut (uji kualitatif). Selain itu dengan HPLC dapat diketahui persen konversi dari galaktosa dan fruktosa serta yield dari produk yang dihasilkan (uji kuantitatif). Detektor yang digunakan adalah RID (Detektor Index Refraktif) dengan kolom Bio-Rad Organic Acid Aminex HPX 87-H. Dengan kondisi HPLC laju alir $0,6\text{ cm}^3/\text{menit}$ dan suhu detektor 40°C . Fasa gerak yang digunakan adalah H_2SO_4 5 mM.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

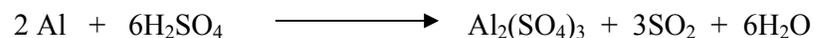
4.1. Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Pembuatan katalis gamma alumina tersulfat ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$) menggunakan bahan yang berasal dari Aluminium *scrap* yang diperoleh dari PT.Astra Otoparts divisi Nusa Metal (Safitri, 2009).



Gambar 4.1. Scrap Aluminium

Proses pembuatannya diawali dengan melarutkan aluminium *scrap* ke dalam H_2SO_4 6,25 M yang dibantu dengan pemanasan melalui sistem refluks. Digunakan sistem refluks karena reaksi yang terjadi bersifat eksoterm sehingga uap panas yang dihasilkan dapat didinginkan melalui air yang mengalir pada kondensor. Selain itu, sistem refluks merupakan sistem yang terisolasi sehingga diharapkan tidak ada produk yang hilang. Reaksi yang terjadi pada pelarutan aluminium scrap adalah sebagai berikut :



Larutan aluminium sulfat yang terbentuk berupa larutan bening agak keruh, selanjutnya larutan ini disaring untuk diambil filtratnya. Kemudian filtrat tersebut diuapkan dan ditambahkan aquademin hingga tidak terlalu pekat. Filtrat

yang masih agak keruh ini selanjutnya disentrifugasi untuk memisahkannya dari pengotor-pengotor.

Kemudian larutan tersebut ditambah dengan larutan ammonium hidroksida (NH_4OH 6,5 M) tetes demi tetes dengan menggunakan buret yang disertai dengan pengadukan konstan sampai pH larutan berada pada kisaran pH 9-10. Tujuan penambahan amonium hidroksida ini adalah agar didapatkan sol aluminium hidroksida $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ dari hasil reaksi, karena aluminium hidroksida merupakan titik awal dari berbagai bentuk alumina. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Aluminium hidroksida yang terbentuk akan berbeda sesuai dengan pH yang dicapai. Oleh karena yang diinginkan adalah pembentukan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang berasal dari boehmite, maka kontrol pH dilakukan pada kisaran pH 9-10, karena pada kisaran pH ini akan terbentuk endapan gel berwarna putih dari kristal boehmite. Sol aluminium hidroksida yang terbentuk dapat dilihat pada gambar berikut :



Gambar 4.2. Sol Aluminium Hidroksida $[\text{Al}(\text{OH})_3]$

Sol aluminium hidroksida tersebut kemudian dipindahkan ke dalam botol propilen untuk diaging di dalam penangas air pada suhu 80°C selama 96 jam. Proses aging merupakan proses pemanasan secara hidrotermal yang bertujuan untuk menghasilkan α -aluminium oksida hidroksida $[\alpha\text{-AlO}(\text{OH})]$ atau boehmite yang lebih kristalin. Boehmite merupakan alumina hidrat yang berbentuk amorf. Bentuk amorf ini dikarenakan boehmite masih mengandung hidrogen dalam

jumlah relatif besar, biasanya dalam bentuk H_2O , hidroksida atau proton (Rachmawati, 2009).

Endapan boehmit yang diperoleh setelah proses aging masih mengandung sisa-sisa reagen yang berupa ion-ion kationik (seperti NH_4^+) maupun ion-ion anionik (seperti SO_4^{2-} , OH^-). Oleh karena itu, dilakukan pencucian dengan akuademin untuk menghilangkan sisa-sisa reagen tersebut. Pencucian dilakukan sampai air cucian tersebut netral dan bebas dari ion sulfat, kemudian disaring. Untuk menguji ada atau tidaknya ion sulfat tersebut maka pada air cucian ditetaskan larutan BaCl_2 . Apabila masih terdapat ion sulfat, maka akan terbentuk endapan BaSO_4 yang berwarna putih.

Kemudian hasil saringan dilarutkan dalam $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 4% hingga terbentuk suspensi. Tujuan dari penambahan larutan $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ini adalah untuk menjaga pH endapan agar pada saat penambahan H_2SO_4 endapan tidak larut dalam asam sulfat. Hal tersebut dikarenakan asam sulfat merupakan oksidator kuat yang mempunyai 2 ekuivalen H^+ dalam setiap ekuivalen senyawanya sehingga mempunyai sifat melarutkan yang cukup baik (Fauziah, 2009). Selanjutnya suspensi disaring dan hasil saringannya dibentuk pellet. Pellet yang sudah dibentuk dipanaskan dalam oven pada suhu 140°C selama 16 jam. Tujuan dilakukan pengeringan yaitu untuk menguapkan air yang masih terdapat pada boehmite.

Kemudian dilakukan penambahan asam sulfat 1N sebanyak 15 mL setiap 1g berat yang diperoleh. Penambahan asam sulfat (impregnasi) bertujuan untuk meningkatkan sisi asam pada alumina yang dihasilkan. Proses penambahan asam sulfat ini disebut proses sulfatasi, yaitu proses pemasukan gugus sulfat pada padatan alumina sehingga meningkatkan kekuatan sisi asam Lewis dan menghasilkan sisi asam Bronsted pada alumina. Sisi asam Lewis pada permukaan katalis alumina sulfat ini lebih kuat dibandingkan sisi asam Lewis pada permukaan gamma alumina murni. Sisi asam Bronsted dihasilkan dari interaksi sisi asam Lewis dengan adanya molekul air (Mekhemer et al, 2005).

Setelah penambahan H_2SO_4 , endapan didekantasi dan dicuci dengan akuademin. Kemudian endapan dikeringkan selama 16 jam pada suhu 140°C . Setelah itu, dilakukan proses kalsinasi pada suhu 650°C selama 4 jam untuk

mendapatkan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$. Tujuan dilakukannya proses kalsinasi pada temperatur 650°C adalah untuk memperoleh oksida logam tersulfat ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$) dengan menghilangkan molekul air yang terdapat dalam struktur padatan dan untuk meningkatkan kekuatan fisik katalis sehingga dihasilkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ yang lebih kristalin. Suhu kalsinasi $600\text{-}700^\circ\text{C}$ merupakan suhu optimum yang mempengaruhi aktivitas katalis secara kuat (Kiss, 2007).

Kalsinasi dapat diartikan sebagai proses pemberian panas (*thermal treatment*) terhadap suatu material padatan untuk terjadinya dekomposisi termal, transisi fasa atau penghilangan fraksi-fraksi yang volatil. Kalsinasi ini biasanya dilakukan dibawah titik leleh produk yang diinginkan. Bentuk dari katalis hasil sintesis dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



Gambar 4.3 Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$

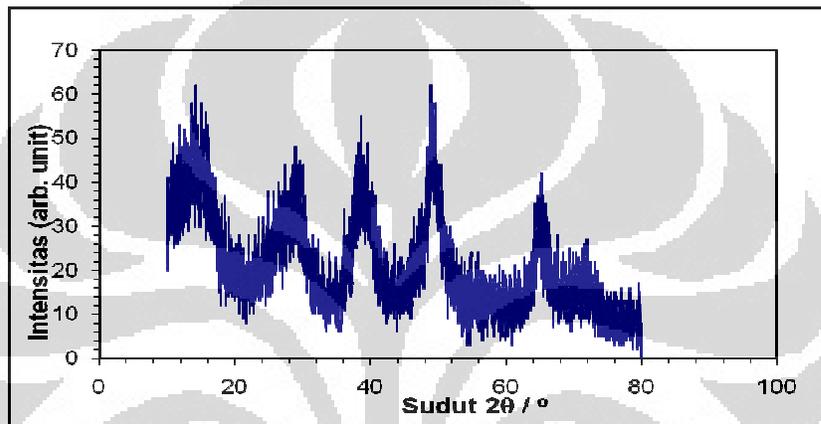
4.2. Karakterisasi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

4.2.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X. Analisis XRD ini digunakan untuk mengetahui struktur kristal dari katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$. Dari pengukuran ini didapatkan nilai sudut difraksi (2θ), nilai jarak bidang kristal (d), dan nilai intensitasnya. Data yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar dari literatur. Difraksi sinar-X dari suatu kristal hanya akan terjadi pada sudut tertentu, sehingga akan mempunyai pola difraksi tertentu. Hal ini yang mendasari identifikasi kualitatif suatu zat hasil sintesis dengan cara mencocokkannya dengan data standar.

Prinsip kerja dari alat XRD 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.

Adapun hasil analisis XRD untuk Boehmite dapat dilihat pada Gambar 4.4 dan Tabel 4.1.



Gambar 4.4 Difraktogram Boehmite

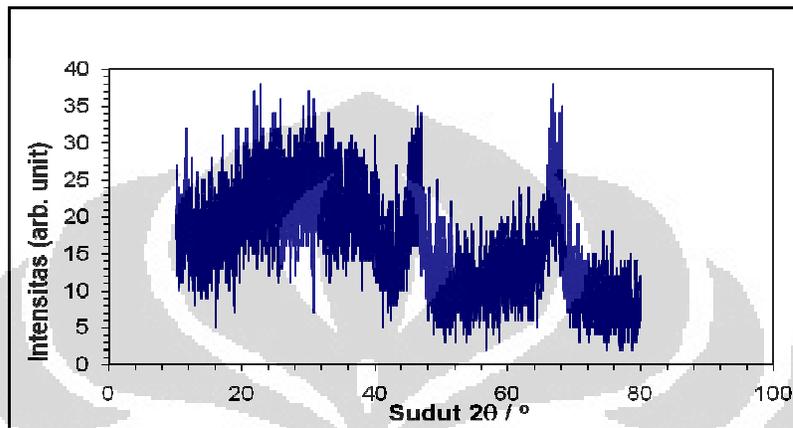
Tabel 4.1 Data difraksi sinar-X Boehmite hasil sintesis dan standar

Boehmite Sintesis		Boehmite Standar	
2 θ	Intensitas relatif (%)	2 θ	Intensitas relatif (%)
15,1766	59,97	14,485	100
29,4658	56,15	28,181	65
38,4731	74,46	38,336	55
49,3109	100	49,211	25
64,9808	59,57	64,980	10
72,074	3,072	72,007	38

Berdasarkan hasil difraktogram yang diperoleh, terlihat jelas beberapa puncak yang tajam yang menunjukkan boehmite yang terbentuk memiliki struktur yang lebih kristalin. Begitu juga dari data XRD yang diperoleh, besarnya sudut

difraksi dari boehmite hasil sintesis sudah mendekati standar yang ada. Hal tersebut menunjukkan bahwa boehmite hasil sintesis dapat dilanjutkan dengan proses impregnasi dan kalsinasi untuk menghasilkan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$.

Adapun hasil analisis XRD untuk katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan Tabel 4.2.



Gambar 4.5 Difraktogram katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Tabel 4.2 Data difraksi sinar-X katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ hasil sintesis dan standar

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ Sintesis		$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Standar		$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ Standar	
2θ	Intensitas relatif (%)	2θ	Intensitas relatif (%)	2θ	Intensitas relatif (%)
25,46	24			25,462	100
45,9397	73,81	45,862	100		
67,0627	100	67,032	100		

Untuk menganalisis hasil XRD dari katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ diperlukan data dari standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan standar $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Besarnya sudut difraksi dan persen intensitas relatif katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ hasil sintesis sudah memenuhi standar gamma alumina. Adanya kemiripan untuk sudut difraksi katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ hasil sintesis dengan standar $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ tersebut menunjukkan adanya interaksi

antara katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan gugus SO_4^{2-} sehingga dapat disimpulkan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ berhasil disintesis.

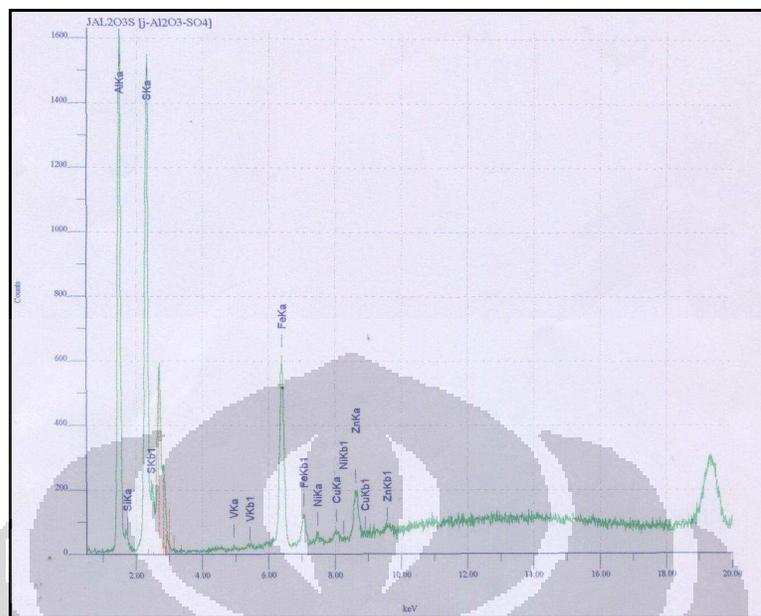
4.2.2 Analisis Perpendaran Sinar-X (XRF)

Analisis XRF merupakan analisis yang bertujuan untuk menentukan komposisi unsur suatu material secara kualitatif dan kuantitatif. Pengukuran dengan XRF didasarkan pada energi emisi yang dihasilkan dari pengisian kekosongan elektron pada kulit yang lebih dalam yang berasal dari elektron pada kulit yang lebih luar, dimana energi emisi tersebut untuk setiap atom adalah khas, sehingga dapat digunakan untuk analisis.

Spektra hasil analisis XRF untuk katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dapat dilihat pada Gambar 4.6 dan data spektrumnya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data analisis XRF katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Unsur	wt(%)	Senyawa	wt(%)
Al	67,0410	Al_2O_3	82,7681
Si	1,2518	SiO_2	1,3470
S	25,7236	S	12,4199
V	0,1162	V_2O_3	0,0740
Fe	4,6380	Fe_2O_3	2,7861
Ni	0,1277	NiO	0,0648
Cu	0,1718	CuO	0,0851
Zn	0,9299	ZnO	0,4550



Gambar 4.6 Spektrum XRF katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Berdasarkan data XRF pada katalis hasil sintesis dapat diketahui bahwa terdapat unsur Al dalam bentuk Al_2O_3 sebesar 67,0410% berat dan unsur S sebesar 25,7236% berat. Hal ini menunjukkan proses impregnasi boehmite dalam larutan H_2SO_4 berlangsung cukup baik dan telah terbentuk Al_2O_3 dari gel $\text{Al}(\text{OH})_3$. Bila dilihat dari data spektrum yang ada, dapat diketahui bahwa terdapat beberapa puncak untuk logam lain seperti Si, V, Fe, Ni, Cu dan Zn. Hal ini disebabkan karena logam-logam tersebut merupakan pengotor yang berasal dari bahan dasar pembuatan katalis.

4.2.3 Analisis Luas Permukaan dengan Metode BET

Karakterisasi katalis selanjutnya yaitu menggunakan metode BET untuk mengetahui luas permukaan, serta volume dan ukuran diameter pori dari katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$. Kondisi pengukuran yang dilakukan yaitu berat katalis sebesar 0,1380 g dengan suhu gas N_2 sebesar 100°C , dan proses analisis berlangsung selama 60 menit. Hasil pengukuran luas permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ sintesis yang dilakukan adalah sebesar $223,81 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori yang didapat sebesar $0,2196 \text{ cc/g}$, dan diameter pori sebesar $3,92525 \text{ nm}$. Dari data tersebut data diketahui

bahwa katalis padatan asam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ memiliki luas permukaan yang besar (high surface area), yaitu antara $200 \text{ m}^2/\text{g} - 500 \text{ m}^2/\text{g}$. Selain itu dari besar diameter porinya, katalis termasuk dalam mesopori dimana diameter pori yang dimiliki berada di antara $2 - 50 \text{ nm}$. Sehingga dapat disimpulkan katalis padatan asam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ memiliki luas permukaan yang cukup baik dimana asam sulfat terdistribusi secara merata pada permukaannya (Safitri, 2009).

4.2.4 Analisis Gugus Fungsi dengan Infra Merah

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan-ikatan yang terdapat pada katalis hasil sintesis. Ikatan tersebut dapat mencirikan suatu senyawa yang terbentuk. Ikatan dapat diketahui melalui serapan sinar inframerah pada bilangan gelombang tertentu. Adanya gugus sulfat dapat diketahui pada kisaran bilangan gelombang $1000 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ (Mekhemer et al, 2005). Dari hasil spektrum infra merah terlihat dua puncak pada bilangan gelombang 1088 cm^{-1} dan $1141,86 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus sulfat pada katalis.

4.3 Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa

Hidrolisis merupakan proses pemecahan oleh air dari molekul besar menjadi bagian-bagian yang lebih kecil yang merupakan komponen dari senyawa itu sendiri. Hidrolisis senyawa gula membutuhkan katalis asam serta pelarut air.

Pada penelitian ini dilakukan reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa. Reaksi ini diawali dengan pembentukan produk intermediet hidroksi metil furfural melalui reaksi dehidrasi. Selanjutnya hidroksi metil furfural akan mengalami reaksi hidrolisis menjadi asam levulinat serta asam format sebagai hasil sampingnya. Selain itu, juga dihasilkan endapan *coke* yang berwarna coklat kehitaman dari proses karbonisasi galaktosa dan fruktosa serta penguraian asam levulinat dan asam format.

Katalis asam diperlukan pada reaksi dehidrasi galaktosa dan fruktosa karena gugus pergi (OH) yang dimiliki oleh senyawa gula tersebut bersifat kurang reaktif. Penambahan katalis asam akan memberikan sumbangan H^+ yang akan

menempel pada OH yang masih memiliki 2 pasang elektron bebas dan terikat pada atom C nomor 3 dan nomor 4. Hal tersebut menyebabkan OH terprotonasi menjadi H_2O^+ yang merupakan leaving grup yang baik. Selain itu penambahan katalis asam juga berfungsi saat pemecahan gugus HMF menjadi asam levulinat dan asam format. Sehingga dengan penambahan katalis diharapkan reaksi akan berlangsung lebih cepat.

Proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan dua buah katalis, yaitu katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ hasil sintesis dan katalis homogen H_2SO_4 0,1 M. Penggunaan dua buah katalis yang berbeda fasa ditujukan untuk membandingkan aktivitas dari kedua katalis pada reaksi hidrolisis. Selain itu juga dapat dilihat keefektifan dari kedua katalis dalam pembentukan produk. Produk hidrolisis yang dihasilkan selanjutnya dianalisis dengan menggunakan HPLC.

Proses hidrolisis diawali dengan mencampurkan 0,18 g galaktosa/fruktosa dengan katalis di dalam autoklaf yang sudah diletakkan *magnetik stirrer*. Katalis homogen H_2SO_4 0,1 M yang digunakan sebanyak 10 mL (5% berat) sedangkan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ yang digunakan sebanyak 0,018 g (10% berat). Persen berat katalis heterogen yang digunakan lebih besar karena katalis heterogen memiliki kereaktifan yang lebih kecil dibandingkan dengan katalis homogen sehingga diharapkan dengan menambahkan persen beratnya katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ memiliki aktivitas yang baik atau setara dengan katalis homogen pada reaksi hidrolisis tersebut.

Kemudian autoklaf tersebut ditutup dan dimasukkan ke dalam kotak besi yang berisi minyak silikon yang diletakkan di atas *hotplate stirrer* dan dipanaskan pada suhu 140°C . Dilakukan variasi waktu reaksi selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Pemanasan bertujuan untuk membantu mempercepat reaksi. Penggunaan suhu yang tinggi ini diharapkan aktivitas katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dapat terlihat. Sehingga diharapkan katalis dan suhu bekerjasama untuk mencapai energi aktivasi dari reaksi hidrolisis tersebut. Sedangkan pemakaian autoklaf bertujuan agar suhu reaksi 140°C dapat tercapai karena adanya tekanan yang besar di dalamnya.

Pada dasarnya metode ini dilakukan agar reaksi berjalan sempurna, karena uap yang terjadi akibat pemanasan akan tertahan oleh karet yang diletakkan mengelilingi mulut autoklaf (gambar autoklaf dapat dilihat pada lampiran 2).

Dengan demikian tidak ada uap yang keluar dari sistem sehingga produk yang terbentuk akan lebih sempurna. Selain itu permukaan autoklaf yang terbuat dari besi sangat baik dalam menghantarkan panas yang sangat membantu dalam pencapaian suhu reaksi. Pencapaian suhu reaksi juga dibantu dengan penggunaan minyak silikon karena minyak silikon tersebut dapat menyimpan panas yang diberikan serta dapat mendistribusikan panas tersebut secara merata. Setelah pemanasan selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam autoklaf diangkat dan didinginkan dalam air yang berfungsi menghentikan reaksi.

4.3.1 Hasil Reaksi Hidrolisis dengan Katalis Homogen

Dari reaksi hidrolisis dengan katalis H_2SO_4 0,1 M diperoleh larutan kental berwarna coklat tua pekat dengan bau yang khas. Perubahan warna larutan tersebut akibat galaktosa dan fruktosa mengalami proses karamelisasi. Karamelisasi merupakan pembentukan pigmen karamel yang dapat dianggap sebagai reaksi pencoklatan non enzimatis. Pemanasan dengan suhu tinggi dan pH larutan yang rendah memicu reaksi tersebut (Cui, 2005). Bau rasa karamel yang khas adalah akibat dari sejumlah hasil fragmentasi dan dehidrasi gula seperti asam format (Demian, 1997). Hasil reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam (dari kiri ke kanan) dapat dilihat pada Gambar 4.7.



(a)

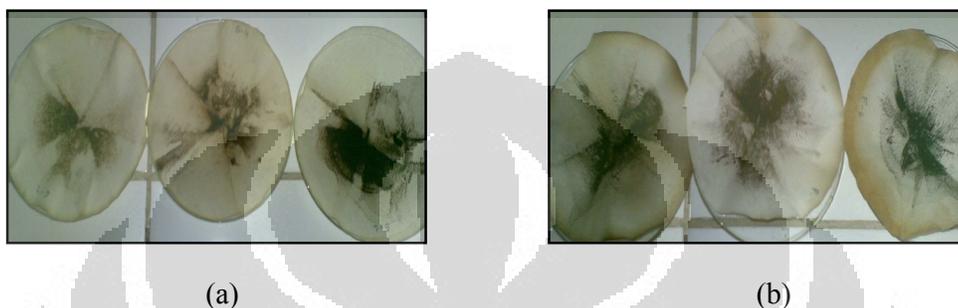
(b)

Keterangan : a = Galaktosa

b = Fruktosa

Gambar 4.7 Produk Hidrolisis Homogen

Kemudian produk hidrolisis tersebut disaring untuk memisahkan larutan dari endapan *coke* yang berwarna coklat kehitaman. *Coke* merupakan produk samping dari proses karbonisasi gula yang kurang sempurna akibat pemanasan yang terlalu lama. Endapan tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.8 untuk waktu reaksi 2 jam, 4 jam dan 6 jam (dari kiri ke kanan).



Keterangan : a = Galaktosa
b = Fruktosa

Gambar 4.8 *Coke* yang terbentuk saat reaksi homogen

Endapan *coke* tersebut ditimbang dan diperoleh berat endapan terbesar pada reaksi galaktosa selama 6 jam yaitu sebesar 0,0633 g dan pada reaksi fruktosa selama 2 jam yaitu sebesar 0,0749 g.

4.3.2 Hasil Reaksi Hidrolisis dengan Katalis Heterogen

Sedangkan hasil dari reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa dengan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ diperoleh larutan kental berwarna coklat muda dengan bau khas karamel dan terdapat endapan berwarna coklat kehitaman. Warna larutan tersebut lebih muda karena kandungan *coke* yang ada lebih sedikit bila dibandingkan dengan reaksi homogen. Hasil reaksi heterogen untuk waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam (dari kiri ke kanan) dapat dilihat pada Gambar 4.9.



(a)



(b)

Keterangan : a = Galaktosa

b = Fruktosa

Gambar 4.9 Produk Hidrolisis Heterogen

Kemudian produk hidrolisis tersebut disaring untuk memisahkan larutan dari endapan. *Coke* yang terbentuk pada reaksi heterogen selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam (dari kiri ke kanan) dapat dilihat pada Gambar 4.10.



(a)



(b)

Keterangan : a = Galaktosa

b = Fruktosa

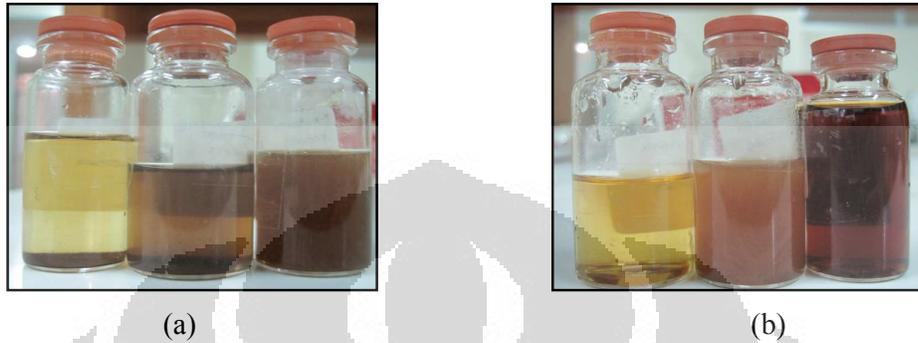
Gambar 4.10 *Coke* yang terbentuk saat reaksi heterogen

Endapan *coke* yang diperoleh pada reaksi dengan katalis heterogen terlihat lebih sedikit bila dibandingkan dengan hasil reaksi dengan katalis homogen. Kemudian endapan *coke* tersebut ditimbang dan diperoleh berat terbesar pada reaksi galaktosa selama 2 jam yaitu sebesar 0,019 g dan pada reaksi fruktosa selama 6 jam yaitu sebesar 0,017 g.

4.3.3 Hasil Reaksi Hidrolisis tanpa Katalis

Dari reaksi hidrolisis tanpa katalis diperoleh larutan berwarna coklat yang tidak terlalu pekat dan terlihat lebih bening bila dibandingkan dengan hasil reaksi dengan katalis baik homogen maupun heterogen. Larutan tersebut berbau khas

karamel dan juga terdapat endapan berwarna coklat kehitaman di dasar larutan. Hasil reaksi tanpa katalis untuk waktu reaksi 2 jam, 4 jam dan 6 jam (dari kiri ke kanan) dapat dilihat pada Gambar 4.11.

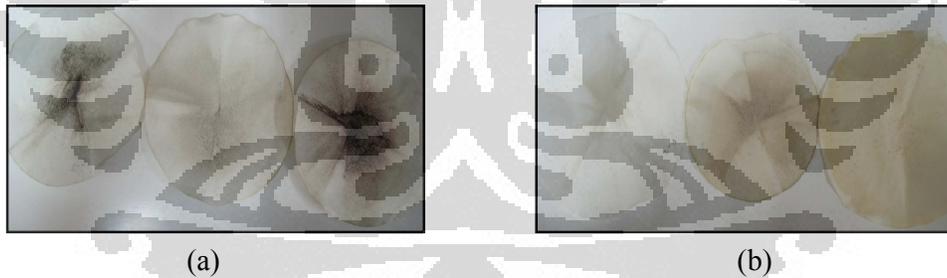


Keterangan : a = Galaktosa

b = Fruktosa

Gambar 4.11 Produk Hidrolisis Tanpa Katalis

Kemudian produk hidrolisis tersebut disaring dan diperoleh endapan dengan jumlah yang lebih sedikit bila dibandingkan reaksi dengan katalis. Endapan *coke* tersebut untuk waktu reaksi 2 jam, 4 jam dan 6 jam (dari kiri ke kanan) dapat dilihat pada Gambar 4.12.



Keterangan : a = Galaktosa

b = Fruktosa

Gambar 4.12 Coke yang terbentuk dari reaksi tanpa katalis

Endapan *coke* dari karbonisasi galaktosa atau fruktosa pada reaksi tanpa katalis kemudian ditimbang dan diperoleh berat terbesar pada reaksi galaktosa selama 6 jam yaitu sebesar 0,0148 g dan pada reaksi fruktosa selama 2 jam yaitu sebesar 0,0098 g.

4.3.4 Analisis Hasil Reaksi Hidrolisis

Analisis dengan menggunakan alat HPLC dilakukan pada produk reaksi setelah proses penyaringan endapan. Produk diencerkan sebanyak 20 kali kemudian disentrifugasi selama 5 menit. Selanjutnya produk tersebut dipindahkan ke dalam botol-botol vial untuk diuji dengan HPLC.

Kemudian dilakukan pengaturan kondisi pengoperasian alat HPLC tersebut yaitu:

Kolom : Bio-Rad Organic Acid Aminex HPX 87-H
Detektor : RID (Detektor Index Refraktif)
Fasa gerak : H₂SO₄ 5mM
Laju alir : 0,6 cm³/menit
Suhu Detektor : 40 °C

Sistem kromatografi yang digunakan adalah kromatografi fasa terbalik (reversed phase) dimana fasa geraknya bersifat polar yaitu H₂SO₄ dan fasa diamnya cenderung non polar. Penggunaan fasa gerak berupa asam sulfat 5 mM diharapkan asam levulinat dan asam format dapat terpisah dengan baik dengan waktu retensi yang bisa dibedakan secara signifikan dimana senyawa yang lebih polar (asam format) akan keluar terlebih dahulu bersama fasa gerak yang polar dari dalam kolom, sementara untuk senyawa non polar (asam levulinat) akan tertahan lebih lama di dalam kolom yang cenderung bersifat non polar.

Dari hasil kromatogram yang diperoleh, kemudian dilakukan analisis kualitatif dengan mencocokkan waktu retensi yang sama atau mendekati standar dari galaktosa, fruktosa, asam levulinat dan asam format yang ada dalam produk. Sedangkan untuk analisis kuantitatif dilakukan dengan memasukkan nilai luas area ke dalam persamaan standar yang selanjutnya dapat dihitung persen konversi dari galaktosa dan fruktosa serta persen yield dari produk asam levulinat dan asam format.

4.3.4.1 Galaktosa dan Fruktosa

Sebelum dilakukan analisis produk untuk reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa baik dengan katalis homogen, heterogen maupun tanpa katalis maka terlebih dahulu dilakukan pengukuran standar galaktosa dan fruktosa. Standar galaktosa dan fruktosa dibuat pada rentang konsentrasi antara 10^{-4} M sampai 10^{-3} M. Hasil kromatogram standar galaktosa dapat dilihat pada lampiran 9. Puncak galaktosa muncul pada waktu retensi 9,317. Sedangkan untuk hasil kromatogram standar fruktosa dapat dilihat pada lampiran 10 dimana puncak fruktosa muncul pada waktu retensi 9,60.

Dari hasil kromatogram tersebut dapat dibuat kurva standar galaktosa dan fruktosa dengan mengalurkan luas area (y) terhadap konsentrasi (x) dan diperoleh: persamaan standar galaktosa :

$$y = 4.10^8 x - 6622 \quad (4.1)$$

$$r^2 = 0,997$$

persamaan standar fruktosa :

$$y = 4.10^8 x - 10739 \quad (4.2)$$

$$r^2 = 0,998$$

Dari kurva standar galaktosa dan fruktosa akan diperoleh nilai x yang merupakan konsentrasi galaktosa/ fruktosa yang masih ada dalam produk. Konsentrasi tersebut dikalikan dengan faktor pengenceran. Selanjutnya dapat dihitung persen konversi galaktosa dan fruktosa dengan memasukkan nilai konsentrasi tersebut dalam rumus :

$$\% \text{ konversi} = 1 - C_{\text{Gal}} / C_{\text{Gal},0} \times 100 \% \quad (4.3)$$

$$\% \text{ konversi} = 1 - C_{\text{Fruk}} / C_{\text{Fruk},0} \times 100 \%$$

C_{Gal} merupakan konsentrasi galaktosa yang masih terdapat dalam produk dan $C_{\text{Gal},0}$ merupakan konsentrasi galaktosa awal sebelum bereaksi. C_{Fruk} merupakan konsentrasi fruktosa yang masih terdapat dalam produk dan $C_{\text{Fruk},0}$ merupakan konsentrasi fruktosa awal.

Untuk reaksi hidrolisis menggunakan katalis homogen H_2SO_4 0,1M dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam diperoleh persen konversi yang dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan data kromatogram HPLC dapat dilihat pada lampiran 13.

Tabel 4.4 Data Persen Konversi Galaktosa dan Fruktosa pada Reaksi Homogen

Waktu Reaksi	$C_{\text{Gal},0}(\text{M})$	$C_{\text{Gal}}(\text{M})$	% Konversi Galaktosa	$C_{\text{Fruk},0}(\text{M})$	$C_{\text{Fruk}}(\text{M})$	% Konversi Fruktosa
2 jam	0,1	0,0429	57	0,1	0,0032	97
4 jam	0,1	0,0036	96	0,1	0,0008	99
6 jam	0,1	0,0012	99	0,1	0,0009	99

Dari data di atas terlihat bahwa persen konversi galaktosa yang diperoleh semakin besar seiring dengan lamanya waktu reaksi. Namun persen konversi tersebut lebih kecil bila dibandingkan dengan fruktosa untuk waktu reaksi 2 jam dan 4 jam. Hal tersebut menunjukkan fruktosa akan lebih cepat terkonversi dibandingkan dengan galaktosa pada reaksi hidrolisis tersebut.

Sedangkan untuk reaksi hidrolisis yang menggunakan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ dapat dilihat pada Tabel 4.5 dan data kromatogram HPLC dapat dilihat pada lampiran 14.

Tabel 4.5 Data Persen Konversi Galaktosa dan Fruktosa pada Reaksi Heterogen

Waktu Reaksi	$C_{\text{Gal},0}(\text{M})$	$C_{\text{Gal}}(\text{M})$	% Konversi Galaktosa	$C_{\text{Fruk},0}(\text{M})$	$C_{\text{Fruk}}(\text{M})$	% Konversi Fruktosa
2 jam	0,1028	0,1023	1	0,1	0,0450	55
4 jam	0,1	0,0614	39	0,1	0,0419	58
6 jam	0,1	0,0539	46	0,1	0,0399	60

Dari data di atas terlihat bahwa pada waktu reaksi 2 jam persen konversi galaktosa yang diperoleh sangat kecil yaitu hanya 1% dibandingkan dengan fruktosa yang mencapai 55%. Bila dibandingkan dengan hasil reaksi yang menggunakan katalis homogen, untuk hasil reaksi dengan katalis heterogen baik galaktosa maupun fruktosa diperoleh persen konversi yang lebih kecil. Ini menunjukkan kemampuan katalis homogen H_2SO_4 yang lebih baik dalam mempercepat reaksi dibandingkan dengan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$. Hal tersebut karena jumlah galaktosa dan fruktosa yang dapat teradsorpsi ke permukaan katalis (melakukan kontak dengan katalis) tidak sebesar galaktosa/fruktosa yang langsung berinteraksi dengan katalis homogen sehingga menyebabkan galaktosa/fruktosa yang terkonversi juga lebih sedikit bila dibandingkan reaksi dengan katalis homogen. Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ tersebut belum cukup aktif dalam mengkatalisis reaksi maka dibutuhkan suhu yang lebih tinggi untuk mencapai energi aktivasi dari reaksi dan waktu yang lebih lama dengan harapan kontak antara katalis dan substrat berlangsung lebih lama sehingga galaktosa dan fruktosa yang terkonversi juga akan semakin besar.

Sebagai kontrol dilakukan reaksi hidrolisis tanpa menggunakan katalis untuk mengetahui apakah katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ memberikan pengaruh terhadap reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa atau sebaliknya. Hasil reaksi tanpa menggunakan katalis dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan lampiran 15.

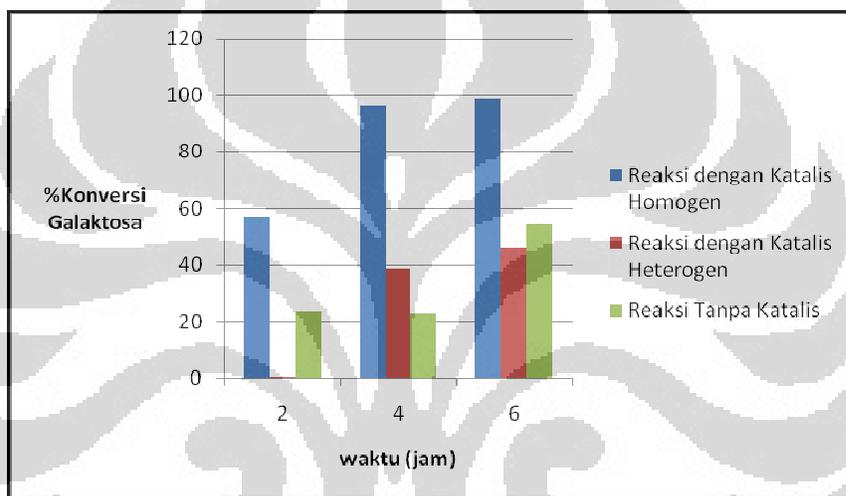
Tabel 4.6 Data Persen Konversi Galaktosa dan Fruktosa Tanpa Katalis

Waktu Reaksi	$C_{\text{Gal},0}(\text{M})$	$C_{\text{Gal}}(\text{M})$	% Konversi Galaktosa	$C_{\text{Fruk},0}(\text{M})$	$C_{\text{Fruk}}(\text{M})$	% Konversi Fruktosa
2 jam	0,1	0,0763	24	0,1	0,0848	15
4 jam	0,1	0,0772	23	0,1	0,0453	55
6 jam	0,1	0,0456	54	0,1	0,0008	99

Dari data di atas terlihat bahwa pada waktu reaksi 2 jam persen konversi fruktosa lebih kecil dibandingkan dengan galaktosa. Namun pada waktu reaksi 4 jam dan 6 jam, persen konversi fruktosa meningkat tajam dibandingkan dengan galaktosa. Apabila dibandingkan dengan hasil reaksi dengan katalis heterogen,

untuk hasil reaksi tanpa katalis baik galaktosa maupun fruktosa diperoleh persen konversi yang lebih besar. Hal tersebut karena suhu yang digunakan cukup tinggi yaitu 140°C serta reaktor yang digunakan berupa autoklaf bertekanan tinggi yang memungkinkan reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Sehingga dapat disimpulkan aktivitas katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ tidak begitu mempengaruhi reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa. Hal tersebut menunjukkan kereaktifan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ yang kurang untuk dipakai pada reaksi hidrolisis tersebut.

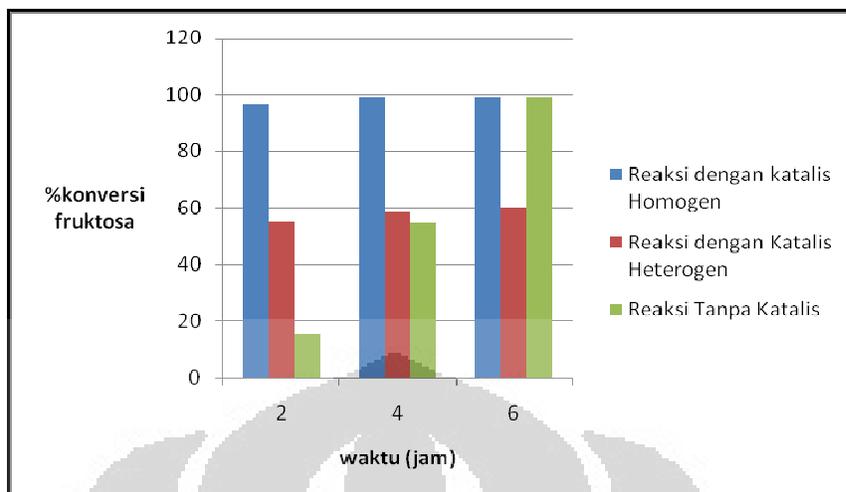
Persen konversi galaktosa yang diperoleh dari hasil reaksi dengan katalis homogen, katalis heterogen dan tanpa katalis dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Grafik Hubungan Persen Konversi Galaktosa

Grafik tersebut menunjukkan semakin lama waktu reaksi hidrolisis, persen konversi galaktosa yang diperoleh semakin besar. Persen konversi galaktosa tertinggi diperoleh dengan menggunakan katalis homogen H_2SO_4 0,1 M.

Persen konversi fruktosa yang diperoleh dari hasil reaksi dengan katalis homogen, katalis heterogen dan tanpa katalis dapat dilihat pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Grafik Hubungan Persen Konversi Fruktosa

Grafik tersebut menunjukkan semakin lama waktu reaksi hidrolisis, persen konversi fruktosa yang diperoleh semakin besar. Terlihat persen konversi fruktosa mencapai optimum pada reaksi hidrolisis dengan menggunakan katalis homogen H_2SO_4 0,1 M.

4.3.4.2 Asam Levulinat

Sebelumnya dilakukan pengukuran standar asam levulinat terlebih dahulu dengan rentang konsentrasi antara 2.10^{-4}M sampai 10^{-3}M . Hasil kromatogram standar asam levulinat dapat dilihat pada lampiran 11. Puncak asam levulinat tersebut berada pada waktu retensi 16,677.

Dari hasil kromatogram tersebut dapat dibuat kurva standar asam levulinat dengan mengalurkan luas area (y) terhadap konsentrasi (x) dan diperoleh persamaan standar asam levulinat :

$$y = 2.10^8 x - 17419 \quad (4.4)$$

$$r^2 = 0,999$$

Dari kurva standar tersebut dapat diperoleh nilai x yang merupakan konsentrasi produk asam levulinat. Konsentrasi tersebut dikalikan dengan faktor pengenceran. Selanjutnya dapat dihitung persen yield asam levulinat dengan memasukkan nilai konsentrasi tersebut dalam rumus :

$$Y_{LA/Fruk} = C_{LA} / C_{Fruk,0} \times 100\% \quad (4.5)$$

C_{LA} merupakan konsentrasi asam levulinat dalam produk dan $C_{Fruk,0}$ merupakan konsentrasi fruktosa awal.

Puncak asam levulinat hanya terlihat pada kromatogram hasil reaksi hidrolisis fruktosa dengan katalis homogen H_2SO_4 0,1M untuk waktu reaksi 2 jam, 4 jam dan 6 jam yang dapat dilihat pada Tabel 4.7.

**Tabel 4.7 Data Persen Yield Asam Levulinat pada Reaksi Homogen
Fruktosa**

Waktu Reaksi	Luas Area	C_{LA}	$C_{Fruk,0}$	%Yield
2 jam	25402	0,00407 M	0,1 M	4
4 jam	25469	0,00408 M	0,1 M	4
6 jam	35286	0,00488 M	0,1 M	5

Dari data di atas terlihat bahwa yield asam levulinat yang diperoleh fruktosa cukup kecil. Sementara pada kromatogram hasil reaksi galaktosa yang menggunakan katalis homogen tidak terlihat adanya peak asam levulinat. Hal tersebut menunjukkan fruktosa lebih cepat membentuk produk intermediet HMF dibandingkan dengan galaktosa. Oleh karena itu dalam waktu 2 jam fruktosa sudah dapat menghasilkan asam levulinat. Sedangkan untuk hasil reaksi dengan katalis heterogen $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$ baik galaktosa maupun fruktosa tidak terlihat adanya peak asam levulinat.

4.3.4.3 Asam Format

Pertama-tama dilakukan pengukuran standar asam format dengan rentang konsentrasi antara $9,32 \cdot 10^{-5}M$ sampai $9,32 \cdot 10^{-4}M$. Hasil kromatogram standar asam format dapat dilihat pada lampiran 12. Puncak asam format muncul pada waktu retensi 14,173.

Dari hasil kromatogram tersebut dapat dibuat kurva standar asam format dengan mengalurkan luas area (y) terhadap konsentrasi (x) dan diperoleh persamaan standar asam format :

$$y = 48554239,06 x + 2419,62 \quad (4.6)$$

$$r^2 = 0,994$$

Dari kurva standar tersebut dapat diperoleh nilai x yang merupakan konsentrasi produk asam format. Konsentrasi tersebut dikalikan dengan faktor pengenceran. Kemudian dapat dihitung persen yield asam format dengan memasukkan nilai konsentrasi tersebut dalam rumus :

$$Y_{FA/Gal} = C_{FA} / C_{Gal,0} \times 100\% \quad (4.7)$$

$$Y_{FA/Fruk} = C_{FA} / C_{Fruk,0} \times 100\%$$

C_{FA} merupakan konsentrasi asam format dalam produk. $C_{Gal,0}$ merupakan konsentrasi galaktosa awal. Sedangkan $C_{Fruk,0}$ merupakan konsentrasi fruktosa awal.

Untuk hasil reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa yang menggunakan katalis homogen H_2SO_4 0,1M dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam diperoleh yield asam format yang dapat dilihat pada Tabel 4.8 dan data kromatogram HPLC dapat dilihat pada lampiran 13.

Tabel 4.8 Data Persen Yield Asam Format pada Reaksi Homogen Galaktosa dan Fruktosa

Waktu Reaksi	$C_{Gal,0}(M)$	$C_{FA}(M)$	% Yield Asam Format	$C_{Fruk,0}(M)$	$C_{FA}(M)$	% Yield Asam Format
2 jam	0,1	0,0046	5	0,1	0,0080	8
4 jam	0,1	0,0066	7	0,1	0,0076	8
6 jam	0,1	0,0069	7	0,1	0,0081	8

Dari data di atas terlihat bahwa yield asam format yang diperoleh galaktosa tidak berbeda jauh dengan fruktosa. Apabila dibandingkan dengan yield

asam levulinatnya, yield asam format yang diperoleh fruktosa lebih besar. Seharusnya kedua produk tersebut memiliki jumlah yang ekuivalen. Hal tersebut dikarenakan asam levulinat yang telah terbentuk mengalami penguraian lebih lanjut oleh asam akibat pemanasan dengan suhu tinggi menjadi endapan *coke*.

Untuk hasil reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa yang menggunakan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam diperoleh yield asam format yang dapat dilihat pada Tabel 4.9 dan data kromatogram HPLC dapat dilihat pada lampiran 14.

Tabel 4.9 Data Persen Yield Asam Format pada Reaksi Heterogen Galaktosa dan Fruktosa

Waktu Reaksi	$C_{\text{Gal},0}(\text{M})$	$C_{\text{FA}}(\text{M})$	% Yield Asam Format	$C_{\text{Fruk},0}(\text{M})$	$C_{\text{FA}}(\text{M})$	% Yield Asam Format
2 jam	0,1028	0,0005	1	0,1	0,0113	11
4 jam	0,1	0,0024	2	0,1	0,0102	10
6 jam	0,1	0,0022	2	0,1	0,0087	9

Dari data persen yield di atas terlihat bahwa yield asam format yang diperoleh galaktosa sangat kecil bila dibandingkan dengan fruktosa. Persen yield asam format terendah diperoleh galaktosa pada waktu reaksi 2 jam, sedangkan untuk waktu reaksi yang sama diperoleh endapan *coke* terbanyak. Sehingga dapat disimpulkan asam format yang telah terbentuk mengalami degradasi lebih lanjut menjadi endapan *coke*. Untuk hasil reaksi fruktosa, semakin lama waktu reaksi persen yield asam format semakin menurun yang berbanding terbalik dengan berat endapan *coke* yang semakin besar. Hal tersebut menunjukkan asam format yang terbentuk mengalami degradasi lebih lanjut menjadi endapan *coke*.

Seharusnya dihasilkan jumlah produk yang ekuivalen antara asam format dan asam levulinat. Namun peak asam levulinat tidak muncul pada kromatogram HPLC. Hal ini menunjukkan asam levulinat yang telah terbentuk mengalami penguraian lebih lanjut menjadi endapan *coke*. Endapan *coke* tersebut cenderung diperoleh dari degradasi asam levulinat dibandingkan dengan asam format karena

jumlah atom karbon yang dimiliki asam levulinat lebih besar dibandingkan dengan asam format.

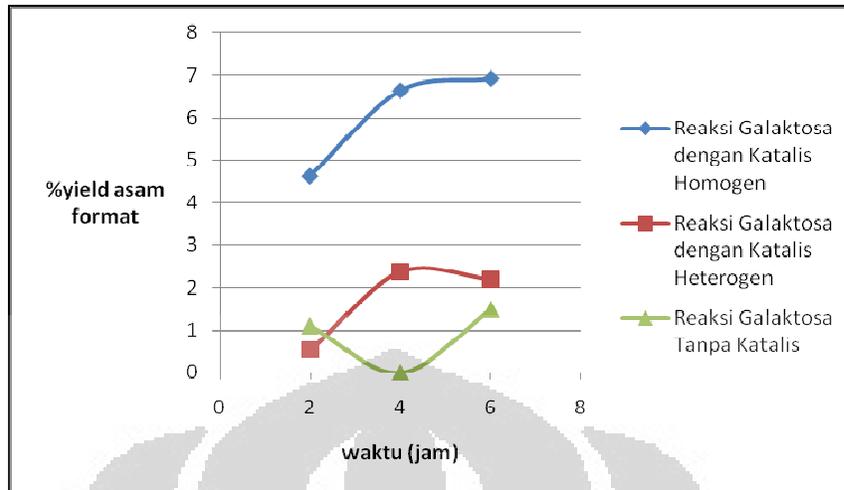
Untuk hasil reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa tanpa menggunakan katalis dengan variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam dapat menghasilkan produk asam format dengan persen yield yang dapat dilihat pada Tabel 4.10 dan data kromatogram HPLC dapat dilihat pada lampiran 15.

Tabel 4.10 Data Persen Yield Asam Format pada Reaksi Tanpa Katalis Galaktosa dan Fruktosa

Waktu Reaksi	$C_{Gal,0}(M)$	$C_{FA}(M)$	% Yield Asam Format	$C_{Fruk,0}(M)$	$C_{FA}(M)$	% Yield Asam Format
2 jam	0,1	0,0011	1	0,1	0,0002	0,3
4 jam	0,1	–	–	0,1	0,0004	0,5
6 jam	0,1	0,0015	2	0,1	–	–

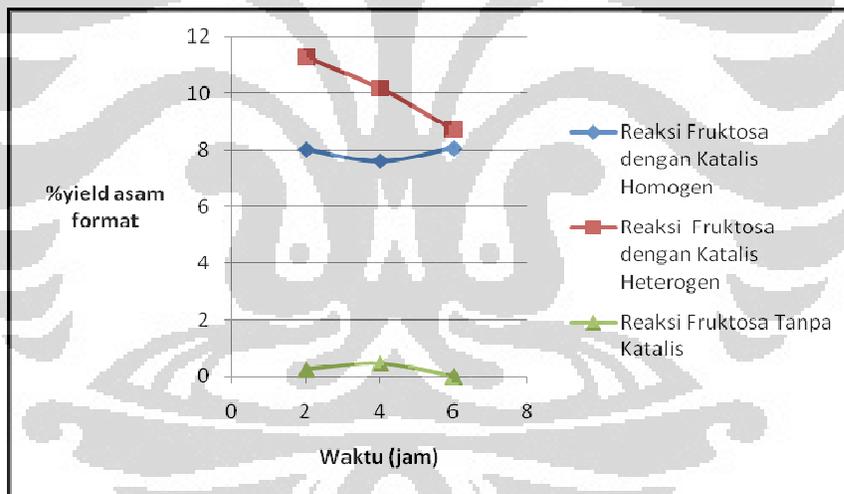
Berdasarkan data persen yield tersebut, dapat dilihat bahwa reaksi hidrolisis tanpa menggunakan katalis menghasilkan asam format dengan persen yield yang sangat rendah. Yield asam format yang diperoleh galaktosa dari reaksi tanpa katalis sama dengan yield asam format yang diperoleh dari reaksi dengan katalis heterogen. Sedangkan untuk fruktosa tanpa katalis, persen yield asam format yang diperoleh lebih kecil dibandingkan dengan menggunakan katalis. Hal tersebut menunjukkan aktivitas katalis dapat mempengaruhi kecepatan pembentukan produk pada reaksi hidrolisis tersebut.

Perbandingan persen yield asam format pada reaksi galaktosa dengan katalis homogen, heterogen dan tanpa katalis dapat dilihat pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Grafik Perbandingan Persen Yield Asam Format yang dihasilkan pada Reaksi Galaktosa

Perbandingan persen yield asam format pada reaksi fruktosa dengan katalis homogen, heterogen dan tanpa katalis dapat dilihat pada Gambar 4.16.

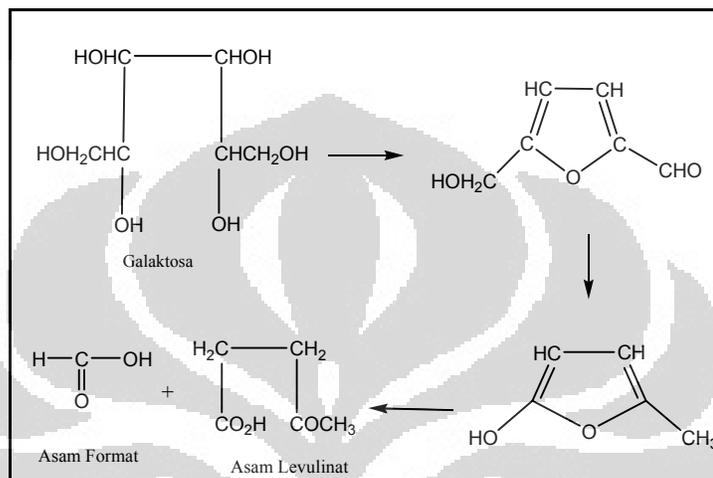


Gambar 4.16 Grafik Perbandingan Persen Yield Asam Format yang dihasilkan pada Reaksi Fruktosa

4.3.5 Mekanisme Reaksi

Reaksi hidrolisis merupakan proses pemecahan oleh air dari molekul besar menjadi bagian-bagian yang lebih kecil yang merupakan komponen dari senyawa itu sendiri. Hidrolisis senyawa gula seperti pada galaktosa dan fruktosa

membutuhkan katalis asam serta pelarut air. Reaksi ini diawali dengan pembentukan produk intermediat hidroksi metil furfural melalui reaksi dehidrasi gula. Selanjutnya hidroksi metil furfural akan mengalami reaksi hidrolisis menjadi asam levulinat serta asam format. Mekanisme reaksi pembentukan asam levulinat dari galaktosa dapat dilihat pada Gambar 4.17.

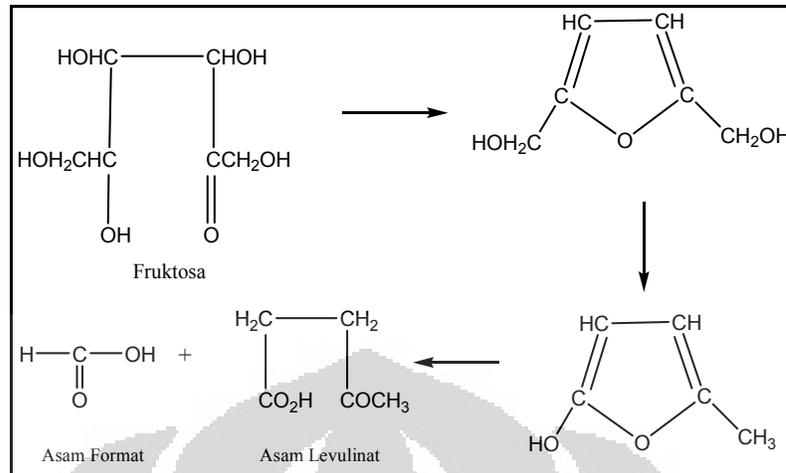


[Sumber: Fieser & Fieser, 1967]

Gambar 4.17 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Galaktosa

Mekanisme Reaksi galaktosa diawali dengan pembentukan siklik dari pengeluaran gugus air antara atom OH yang terikat pada C nomor 2 dan atom H yang terikat pada C nomor 5. Katalis asam diperlukan pada reaksi hidrolisis ini karena gugus pergi (OH) yang dimiliki oleh senyawa galaktosa bersifat kurang reaktif. Penambahan katalis asam akan memberikan sumbangan H^+ yang akan menempel pada OH yang masih memiliki 2 pasang elektron bebas yang terikat pada atom C nomor 3 dan nomor 4. Hal tersebut menyebabkan OH terprotonasi menjadi H_2O^+ yang merupakan leaving grup yang baik. Keluarnya dua gugus air tersebut menyebabkan terbentuknya dua ikatan rangkap. Selanjutnya dilakukan konversi menjadi asam levulinat dan asam format.

Sedangkan mekanisme reaksi hidrolisis fruktosa dapat dilihat pada Gambar 4.18.

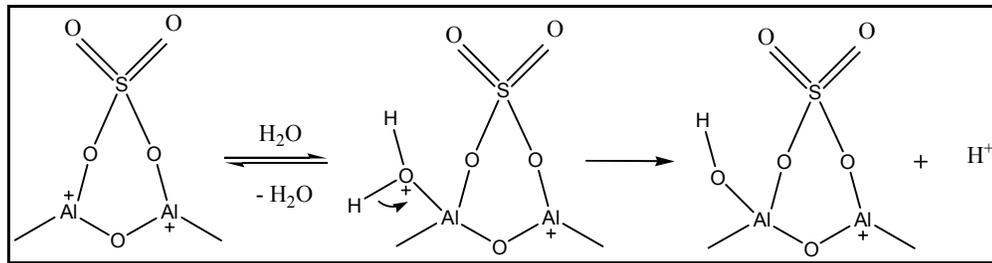


[Sumber: Fieser & Fieser, 1967]

Gambar 4.18 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Fruktosa

Reaksi pada fruktosa diawali dengan pembentukan hemiketal siklik cincin 5 (furanosa) dari hasil penyerangan nukleofilik intramolekuler oleh atom hidroksi yang terikat pada atom C nomor 5 ke gugus karbonil. Sama seperti galaktosa, katalis asam diperlukan pada reaksi hidrolisis fruktosa karena gugus pergi (OH) yang dimiliki bersifat kurang reaktif. Penambahan katalis asam akan memberikan sumbangan H^+ yang akan menempel pada OH yang masih memiliki 2 pasang elektron bebas yang terikat pada atom C nomor 3 dan nomor 4. Hal tersebut menyebabkan OH terprotonasi menjadi H_2O^+ yang merupakan leaving grup yang baik. Keluarnya dua gugus air tersebut menyebabkan terbentuknya dua ikatan rangkap. Selanjutnya terjadi konversi untuk membentuk asam levulinat dan asam format.

Mekanisme reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa yang menggunakan katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ terjadi melalui jalan yang sama dengan katalis homogen dimana awalnya terjadi proses protonasi OH dari galaktosa dan fruktosa menjadi H_2O^+ yang merupakan leaving grup yang baik. Pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ yang berperan dalam reaksi tersebut adalah sisi asam Bronstednya. Asam Bronsted tersebut akan memberikan sumbangan H^+ yang akan menempel pada OH yang masih memiliki 2 pasang elektron bebas dan terikat pada atom C nomor 3 dan nomor 4 dari senyawa gula. Sisi asam Bronsted pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dapat dilihat pada Gambar 4.19.



[Sumber: Nur, 2007]

Gambar 4.19 Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$

Mekanisme reaksi hidrolisis galaktosa dan fruktosa tanpa menggunakan katalis berlangsung dengan tahap yang sama yaitu diawali dengan reaksi dehidrasi untuk membentuk produk intermediet HMF. Namun waktu reaksi yang dibutuhkan akan lebih lama karena energi aktivasi dari reaksi tersebut lebih besar dibandingkan dengan reaksi yang menggunakan katalis. Selanjutnya HMF akan dihidrolisis menjadi asam levulinat dan asam format yang dibantu dengan pemanasan pada suhu tinggi 140°C dan tekanan yang besar dari reaktor autoklaf yang digunakan.

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Katalis heterogen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ memiliki aktivitas yang kurang baik dalam mengkonversi galaktosa dan fruktosa.
2. Fruktosa lebih mudah untuk dihidrolisis dibandingkan dengan galaktosa serta dapat menghasilkan persen konversi yang besar mencapai 99,17% untuk reaksi yang menggunakan katalis homogen asam pada suhu 140°C selama 4 jam.
3. Persen yield asam levulinat terbesar diperoleh dari reaksi hidrolisis fruktosa dengan menggunakan katalis homogen asam pada suhu 140°C selama 6 jam sebesar 4,883%.
4. Persen yield asam format terbesar diperoleh dari reaksi hidrolisis fruktosa dengan menggunakan katalis heterogen asam pada suhu 140°C selama 2 jam sebesar 11,3%.

5.2 Saran

Saran yang bisa disampaikan untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Mencari reaktor lain yang dapat digunakan pada suhu tinggi dengan waktu reaksi yang lebih singkat sehingga dapat memperkecil jumlah *coke* yang terbentuk.
2. Sebelum dipakai dalam reaksi sebaiknya dilakukan uji keasaman katalis dengan metode adsorpsi pyridine untuk mengetahui apakah sudah terbentuk sisi asam bronsted pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dengan instrumen FT-IR dimana peaknya akan muncul pada bilangan gelombang $1540\text{-}1550\text{ cm}^{-1}$.

DAFTAR REFERENSI

- B. Girisuta, L. P. B. M. Janssen, dan H. J. Heeres. (2006). *A kinetic study on the decomposition of 5-hydroxymethylfurfural into levulinic acid*. Groningen: Department of Chemical Engineering, University of Groningen, Belanda.
- B. Girisuta, L. P. B. M. Janssen, dan H. J. Heeres. (2006). *A kinetic study on the conversion of glucose to levulinic acid*. Groningen: Department of Chemical Engineering, University of Groningen, Belanda.
- B. Girisuta, L. P. B. M. Janssen, dan H. J. Heeres. (2007). *Kinetic study on the acid-catalyzed hydrolysis of cellulose to levulinic acid*. Groningen: Department of Chemical Engineering, University of Groningen, Belanda.
- Bio proses dan teknologi pembuatan bioetanol*. Mei 15, 2010. pk.11:10 WIB. <http://www.technologyindonesia.com/lpndristek.php>
- Bio ethanol alternative bbm*. Juni 11, 2008. <http://energibio.blogspot.com>.
- Cui, Steve W. (2005). *Food carbohydrates: chemistry, physical properties, and applications*. USA: Taylor & Francis Group.
- Fauziah, Norma. (2009). *Studi reaksi esterifikasi asam p-Hidroksi benzoat dengan etilen glikol menggunakan katalis asam homogen dan heterogen*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ferreira, Maria Lujan dan Rueda, Elsa Haydee. (2001). *Theoretical characterization of alumina and sulfated-alumina catalysts for n-butene isomerization*. Bahia Blanca: Departamento de Quimica e Ingenieria Quimica, Universidad Nacional del Sur Avda, Bahia Blanca, Argentina.
- Fessenden & Fessenden. (1989). *Kimia Organik* (Jilid 2). Jakarta: Erlangga.
- Fieser & Fieser. (1967). *Reagents for organic syntyesis* (volume 1). USA: John Wiley & Sons.
- Fructose*. Januari 24, 2010. pk. 16:15 WIB. <http://en.wikipedia.org/wiki/Fructose>
- Galactose*. Januari 24, 2010. pk 17:30 WIB. http://en.wikipedia.org/wiki/File:DL-Galactose_num.svg
- Ghorpade, Viswas dan Hanna, Milford. *Levulinic acid industrial application*. April 25, 2010. <http://www.plannedprofitablegrowth.com>

Hydroxymethylfurfural. Januari 7, 2010. pk. 17:00 WIB.

<http://en.wikipedia.org/wiki/Hydroxymethylfurfural>

Analisis perbedaan kolom pada deteksi karbohidrat susu fermentasi dengan metode HPLC. Mei 15, 2010.pk.10:44 WIB.

<http://milkordie.blogspot.com/2007/04/analisis-perbedaan-kolom-pada-deteksi.html>

Humic acid. April 25, 2010. pk.16:00 WIB. <http://en.wikipedia.org/wiki/Humic>

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.

Jannah, Raodatul. (2008). *Reaksi transesterifikasi trigliserida minyak jarak pagar dengan metanol menggunakan katalis padatan basa $K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$* . Depok: Universitas Indonesia.

Karbohidrat disakarida. Mei 20, 2010. pk.17:18 WIB. <http://pangan.site90.com>

Kiss, Anton A., A.C, Dimian, dan G. Rothenberg. (2007). *Biodiesel by catalytic reactive distillation powered by metal oxides*. Journal of energy & fuels 598-604. Belanda: University of Amsterdam.

Levin, Shulamit. *Analysis of ions using high performance liquid chromatography: ion-chromatography*. Mei 14,2010.pk.12:56 WIB.

<http://www.forumsci.co.il/HPLC/index.html>

Levulinic acid. Januari 7, 2010. pk 17:28 WIB.

http://en.wikipedia.org/wiki/Levulinic_acid

Lourvanij, Khavinet & Rorrer, Gregory L. (1996). *Reaction rates for the partial dehydration of glucose to organic acids in solid-acid, molecular-sieving catalyst powders*. USA: Department of Chemical Engineering, Oregon State University, Corvallis, OR 97331, USA.

Material safety data sheet formic acid. April 7, 2010.pk 17:14 WIB.

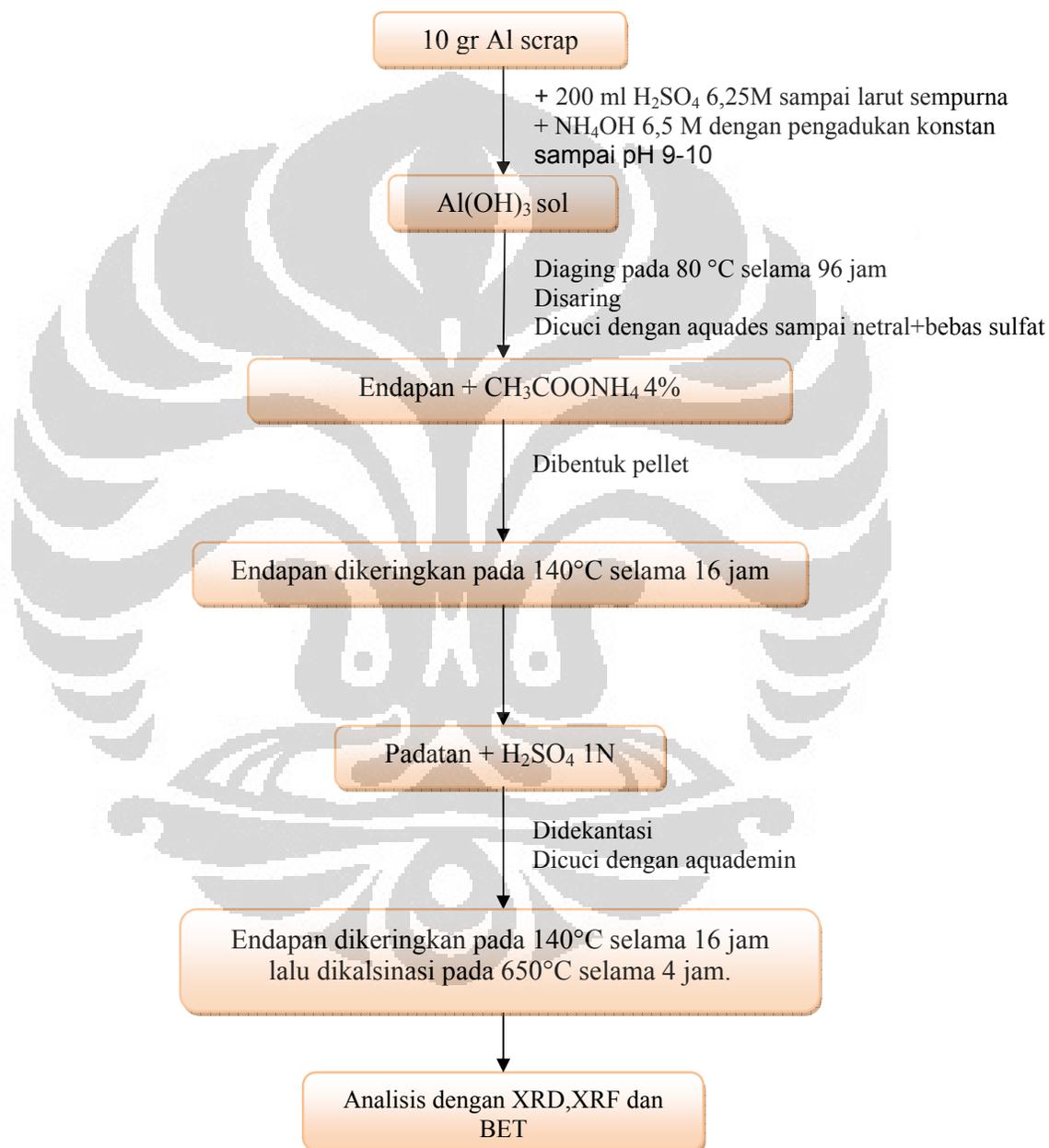
<http://www.sciencelab.com/>

Mekhmer, Gamal A. H.,et al. (2005). *Sulfated alumina catalyst: consequences of sulfate content and source*. El-Minia: Chemistry Department, Faculty of Science, Minia University, El-Minia, Mesir.

- Nur, Hadi. (2007). *The design and synthesis of heterogeneous catalyst system for synthesis of useful organic compounds*. Johor: Ibnu Sina Institute for Fundamental Science Studies Universiti Teknologi Malaysia, Johor, Malaysia.
- Nurhayati. (2008). *Reaksi katalisis oksidasi vanili menjadi benzaldehida menggunakan katalis $TiO_2-Al_2O_3$ (1:1)-U dan $TiO_2-Al_2O_3$ (1:1)-PEG*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia FMIPA UI.
- Rachmawati, Ani. (2009). *Sintesis katalis padatan asam $\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$ dan digunakan pada sintesis senyawa metil ester asam lemak dari limbah produksi margarin minyak kelapa sawit*. Depok: Universitas Indonesia.
- Safitri, Dwiarti Elvira. (2009). *Sintesis katalis padatan asam gamma Al_2O_3/SO_4^{2-} dan digunakan untuk sintesis senyawa isopropil ester asam lemak dari minyak kelapa (VCO)*. Depok: Universitas Indonesia.
- Septiana. (2009). *Sintesis metil ester sebagai bahan baku surfaktan alkanolamida dari limbah margarin dengan katalis padatan asam ($\gamma-Al_2O_3/SO_4^{2-}$) dan katalis padatan basa ($K_2CO_3/\gamma-Al_2O_3$)*. Depok: Universitas Indonesia.
- Sunardi. (2006). *Penuntun praktikum kimia analisa instrumentasi*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Tanabe, K., et al. *Solid Acid and Base Catalyst*, Catalyst Science and Technology, Vol. 2. New York.
- Wibowo, Widayanti. (2004). *Hand out kuliah kapita selekta kimia fisik IV: katalis heterogen dan reaksi katalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.

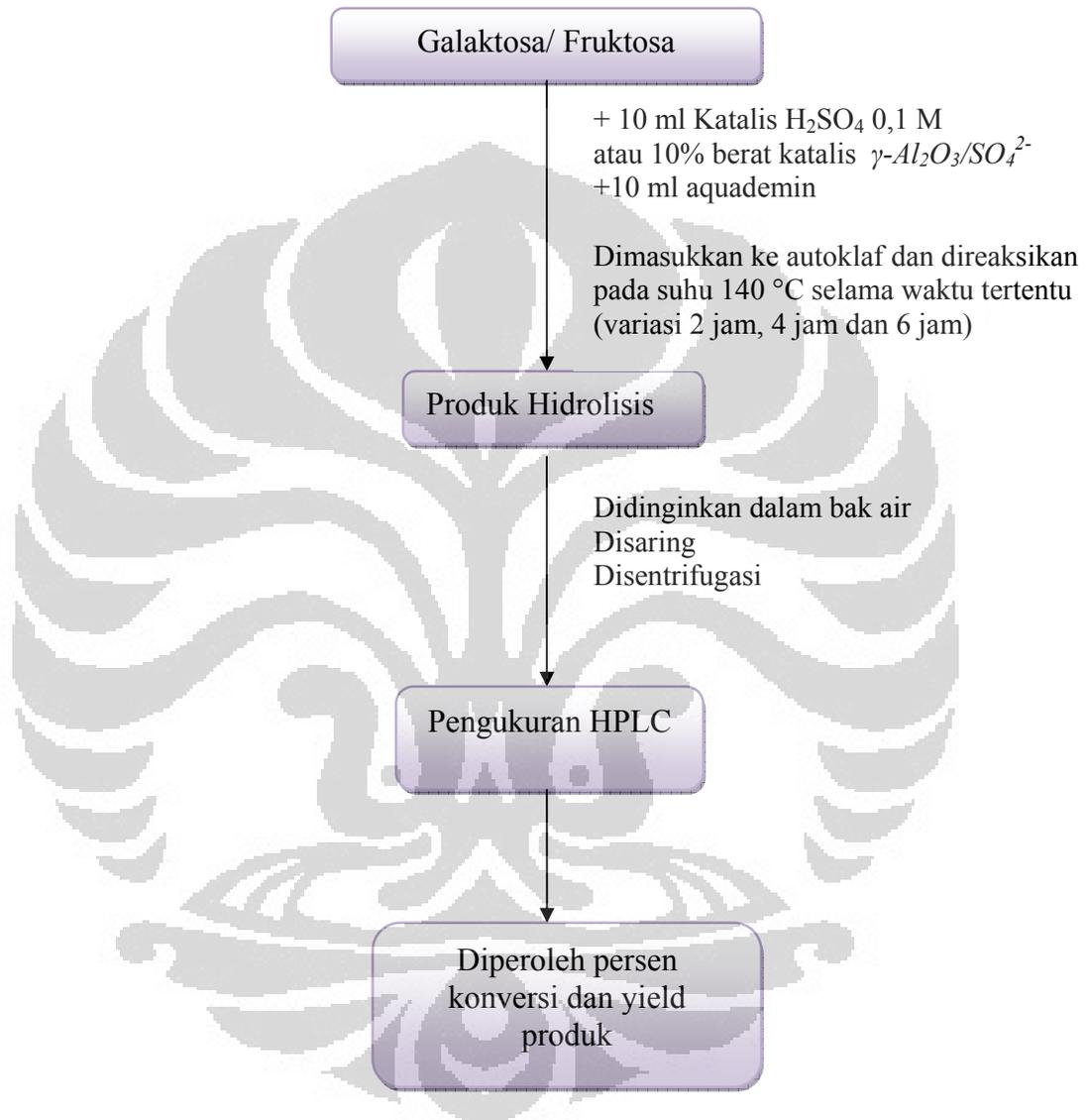
LAMPIRAN 1

Bagan Kerja

Pembuatan Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4$ 

(lanjutan)

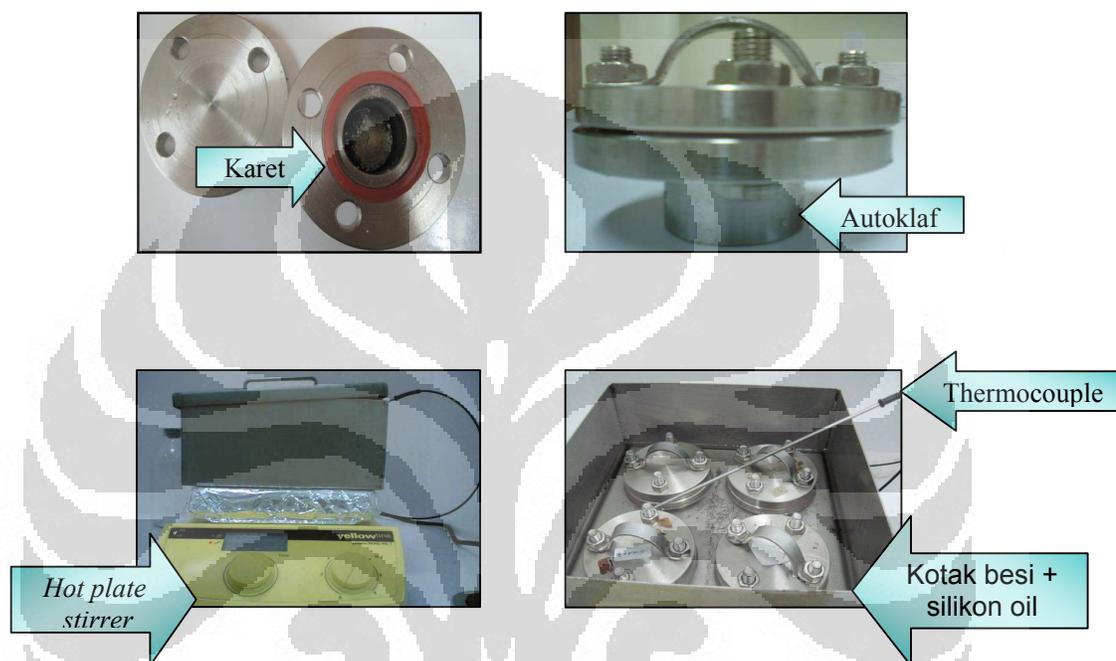
Reaksi Hidrolisis Galaktosa dan Fruktosa dengan Katalis



LAMPIRAN 2

Gambar Peralatan Reaksi

Reaksi Hidrolisis



Pembuatan Katalis



LAMPIRAN 3

Instrumen untuk Pengukuran

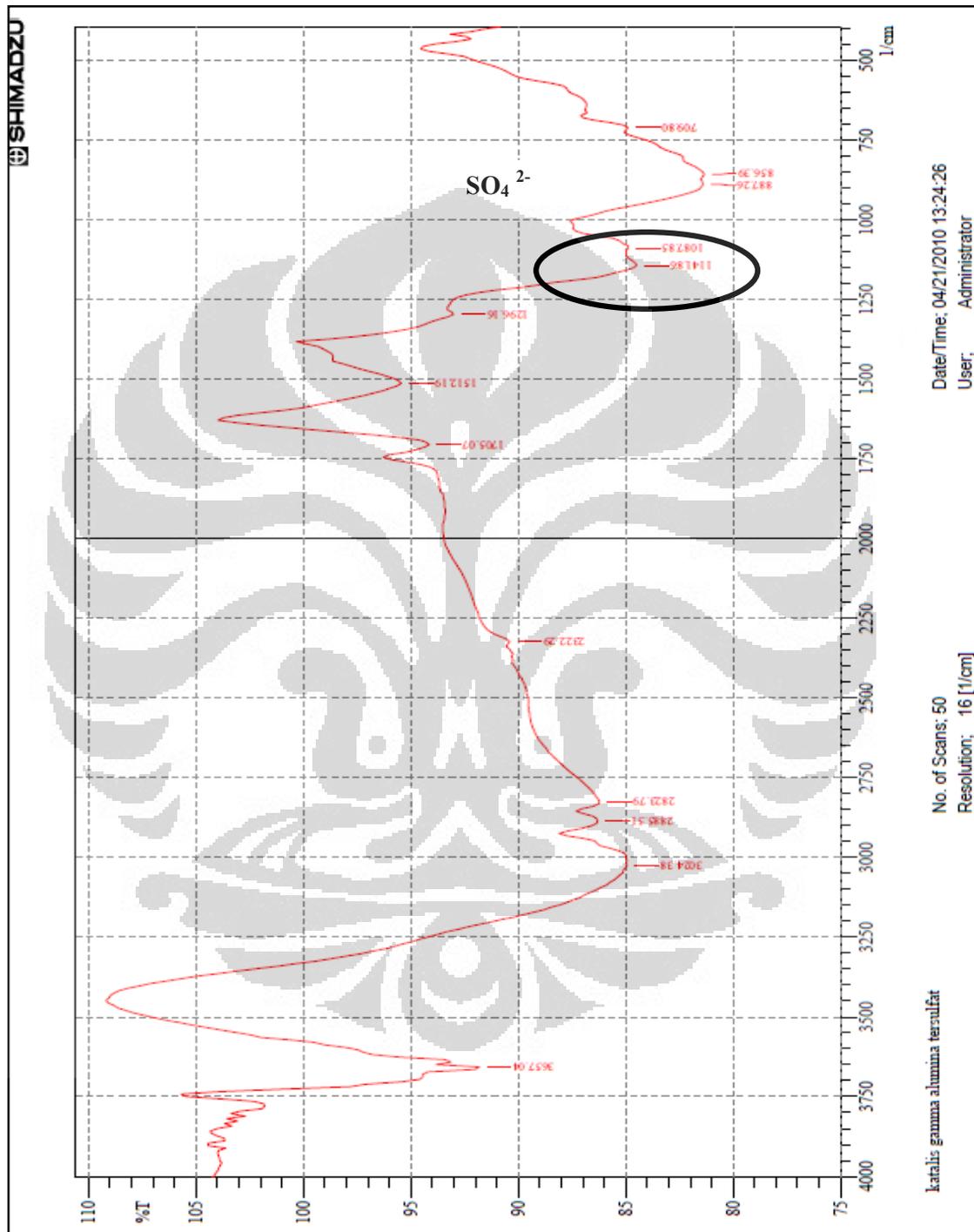
Gambar Instrumen HPLC



Gambar Instrumen FT-IR



LAMPIRAN 4
Spektrum FT-IR Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$



LAMPIRAN 5

Data Difraksi Sinar X Boehmite

*SampleId ent, Boehmite 2,/

 *Title1,B ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR - PTBIN,/

 *Title2,- -----/

 *DiffrType,e,PW1710,/

 *DiffrNumber,1,/

 *Anode,Cu /

 *LabdaAlp ha1, 1.54060,/

 *LabdaAlp ha2, 1.54439,/

 *RatioAlp ha21, 0.50000,/

 *DivergenceSlit,Automatic, 12,/

 *ReceivingSlit,0.2,/

 *MonochromatorUsed,YES /

 *GeneratorVoltage, 40,/

 *TubeCurrent, 20,/

 *FileDate Time,20-Jul-2007 13:32,/

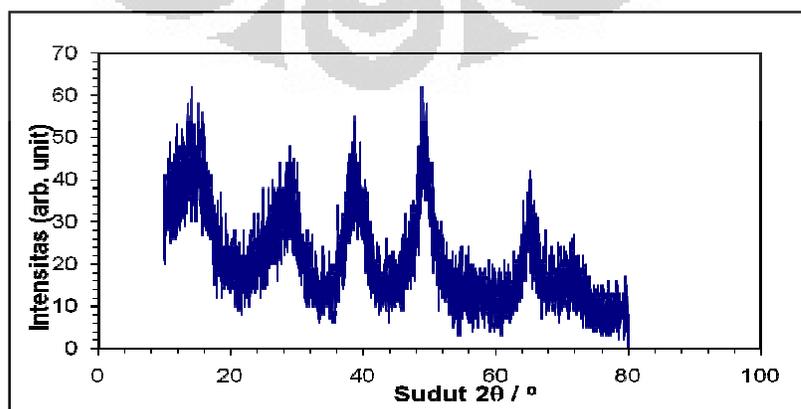
 *DataAngleRange, 20.0100, 69.9900,/

 *ScanStepSize, 0.020,/

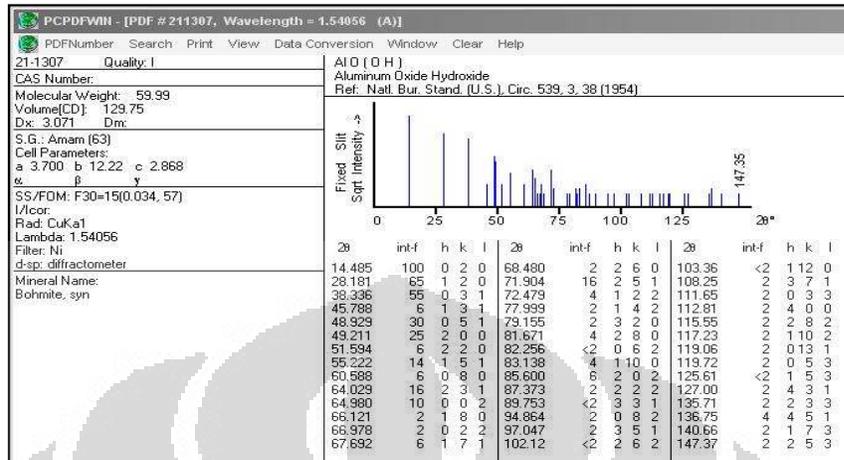
 *ScanType ,CONTINUOUS,/

 *ScanStepTime, 1.00,/

No	Pos. [°2 θ .]	FWHM [°2 θ .]	Area [cts*°2 θ .]	Backgr.[cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	11.2589	1.8893	28.23	21	7.85916	15.15	41.35
2	15.1766	3.7786	81.88	19	5.83803	21.97	59.97
3	29.4658	2.519	51.12	13	3.03145	20.57	56.15
4	38.4731	1.8893	50.84	12	2.33994	27.28	74.46
5	49.3109	1.2595	45.52	12	1.84806	36.63	100
6	64.9808	1.2595	27.11	8	1.43521	21.82	59.57
7	72.074	3.072	38.1	7	1.30935	9.3	25.39



Data XRD Standar Boehmite



LAMPIRAN 6

Data Difraksi Sinar X Katalis γ -Al₂O₃/SO₄

*SampleId ent, Sampel GAMMA Al2O3 Tersulfat,/

*Title1,B ID. KARAKT. DAN ANALISIS NUKLIR - PTBIN,/

*Title2,- -----,/

*DiffTyp e,PW1710,/

*DiffNum ber,1,/

*Anode,Cu /

*LabdaAlp ha1, 1.54060,/

*LabdaAlp ha2, 1.54439,/

*RatioAlp ha21, 0.50000,/

*Divergen ceSlit, Automatic, 12,/

*Receivin gSlit, 0.2,/

*Monochro matorUsed, YES,/

*Generato rVoltage, 40,/

*TubeCurr ent, 20,/

*FileDate Time, 20-Jul-2007 13:32,/

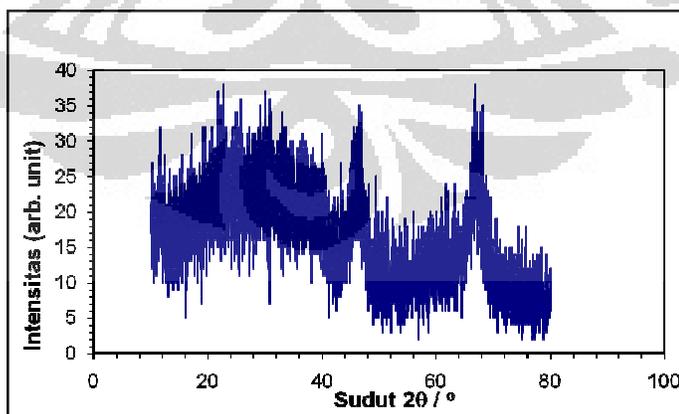
*DataAngl eRange, 20.0100, 69.9900,/

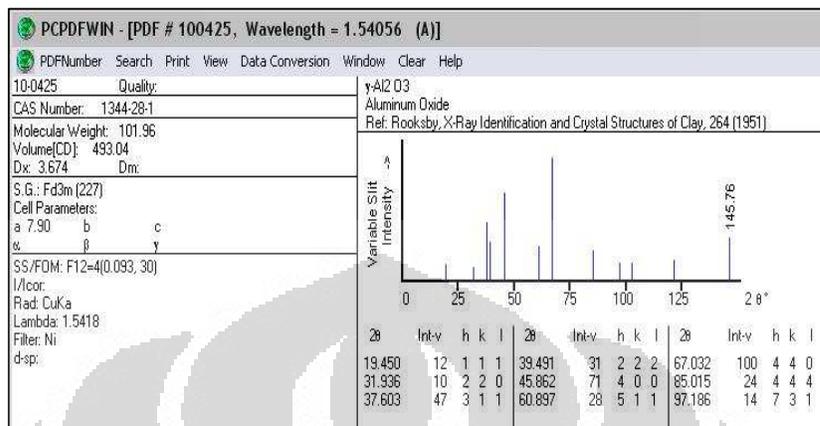
*ScanStep Size, 0.020,/

*ScanType ,CONTINUOUS,/

*ScanStep Time, 1.00,/

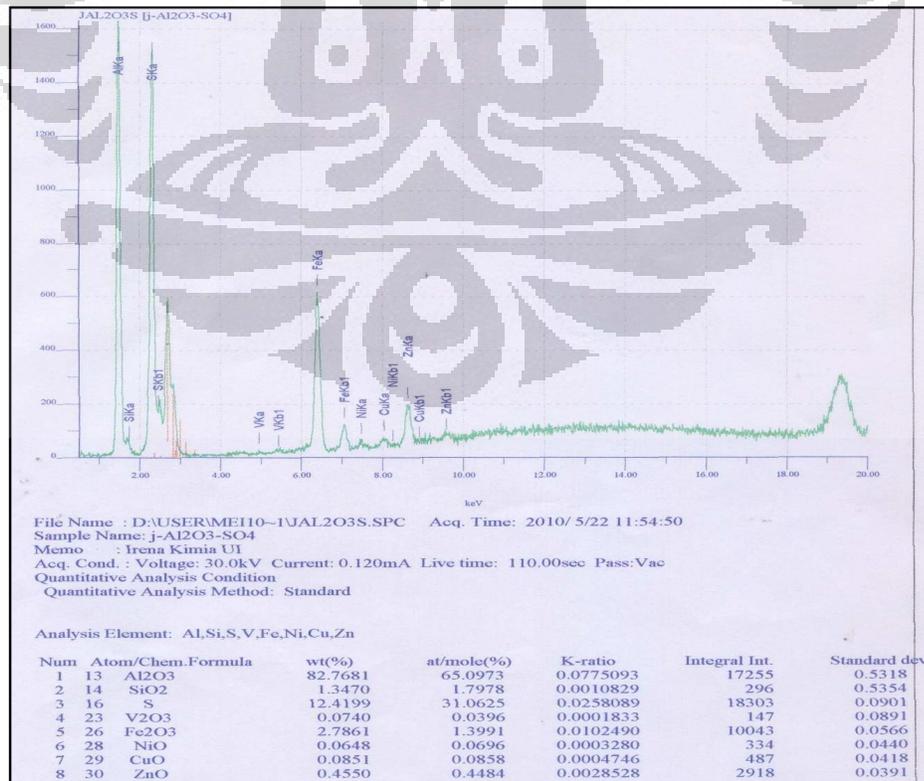
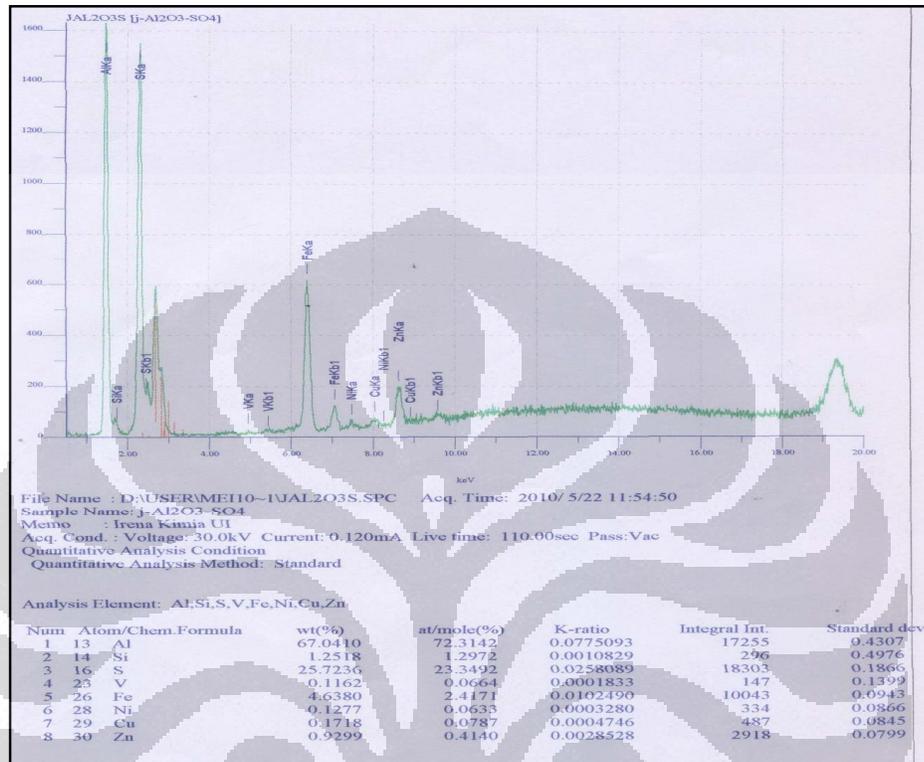
No.	Pos. [°2Th.]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr.[cts]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]
1	45.9397	1.8893	23.45	11	1.97551	12.58	73.81
2	67.0627	1.536	34.91	8	1.39448	17.05	100



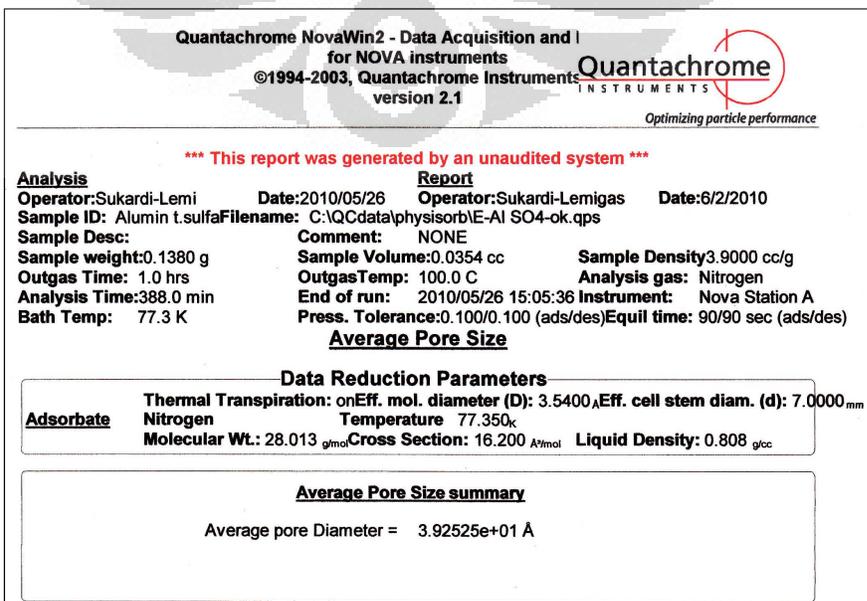
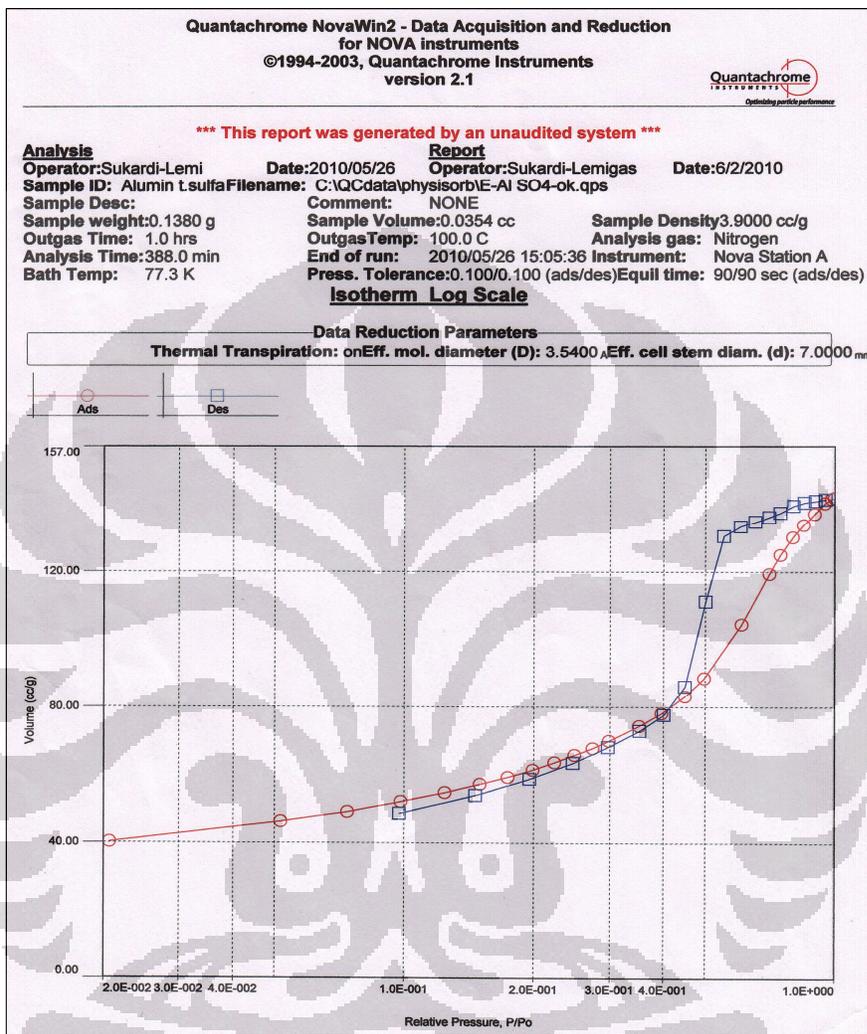
Data XRD Standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 

LAMPIRAN 7

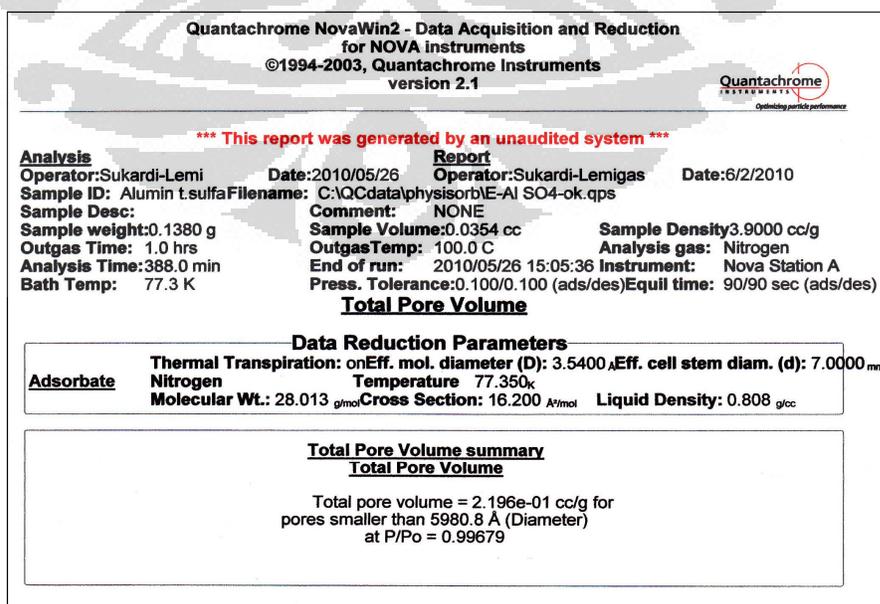
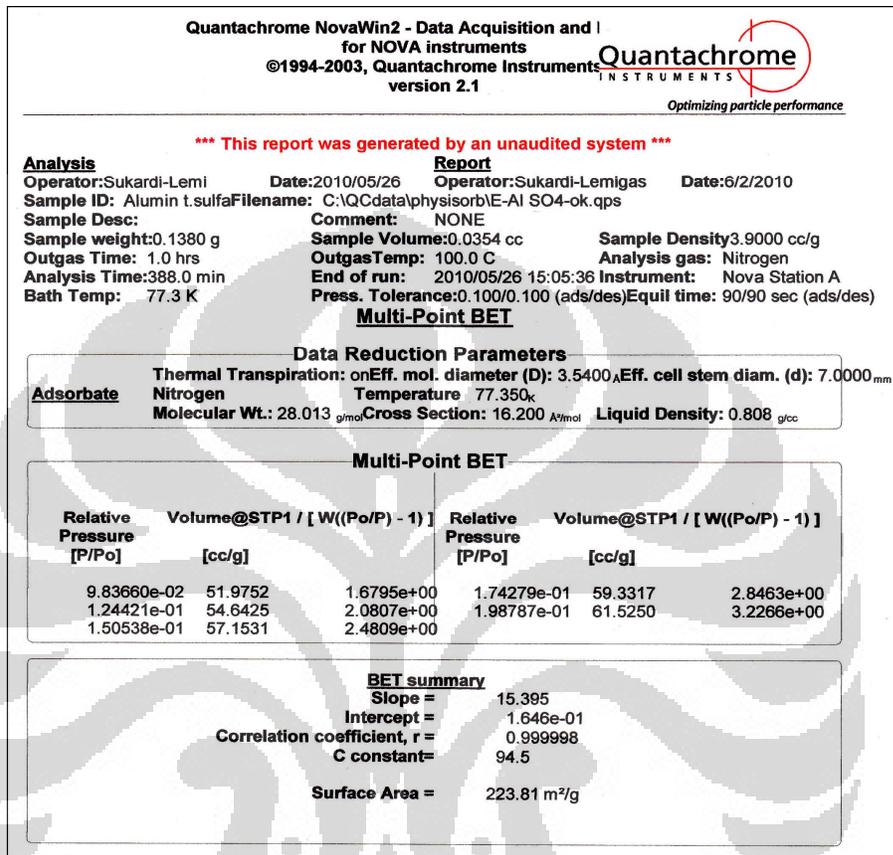
Data XRF Katalis γ -Al₂O₃/SO₄



LAMPIRAN 8

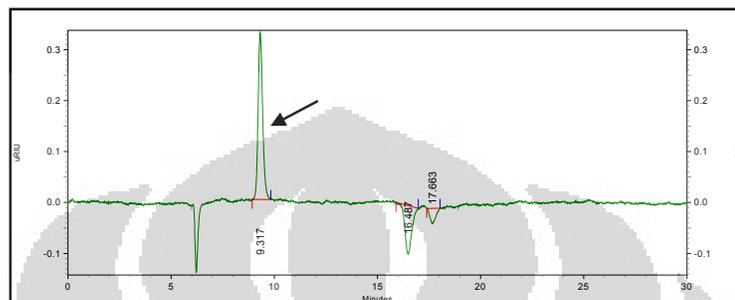
Data Pengukuran Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SO}_4^{2-}$ dengan Metode BET

(lanjutan)

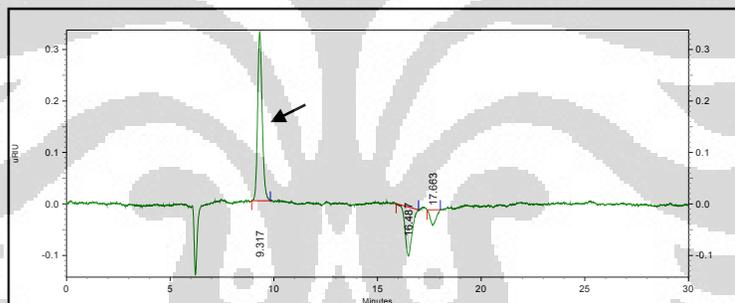


LAMPIRAN 9
Data Kromatogram HPLC Standar Galaktosa

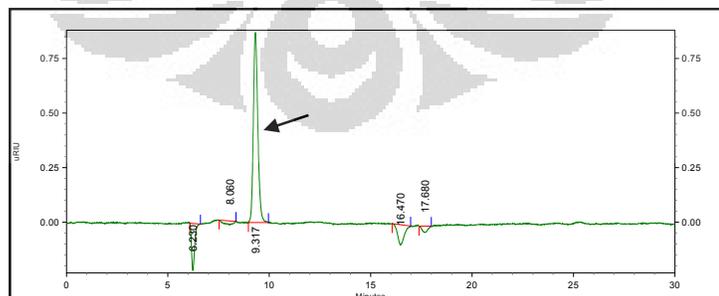
Konsentrasi 10^{-4} M



Konsentrasi $2 \cdot 10^{-4}$ M

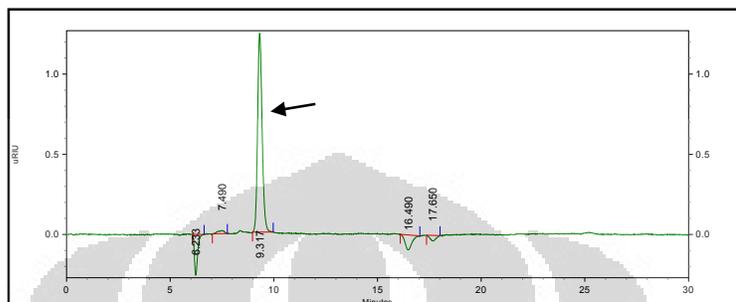


Konsentrasi $3 \cdot 10^{-4}$ M

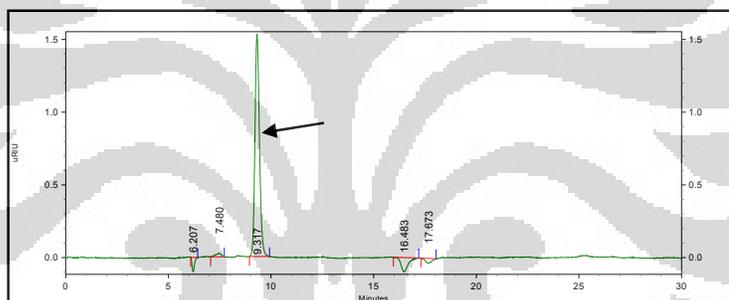


(lanjutan)

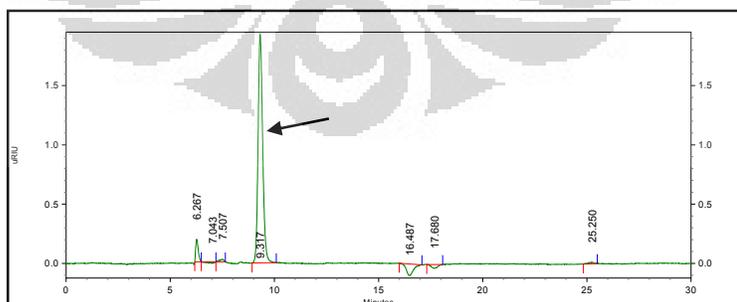
Konsentrasi 4.10^{-4} M



Konsentrasi 5.10^{-4} M

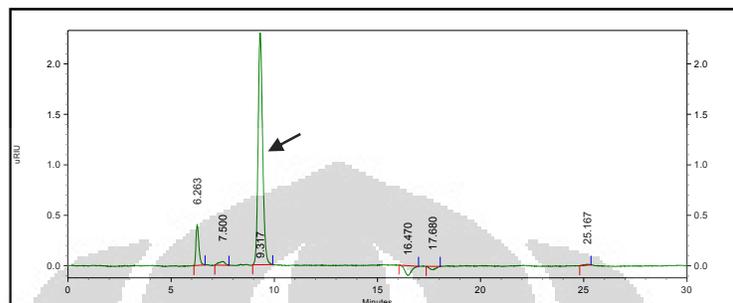


Konsentrasi 6.10^{-4} M

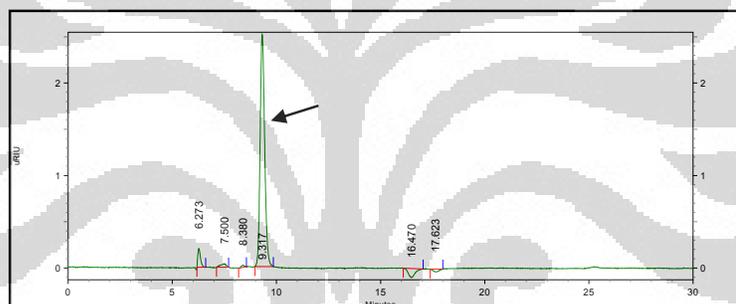


(lanjutan)

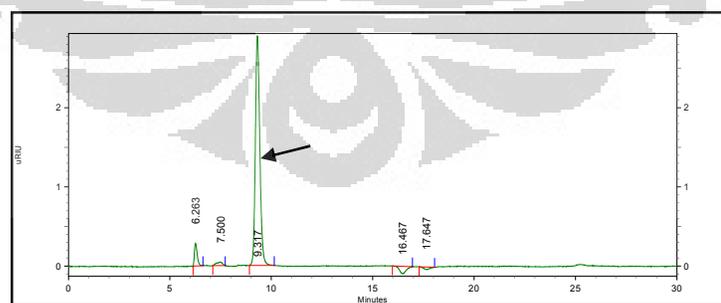
Konsentrasi 7.10^{-4} M



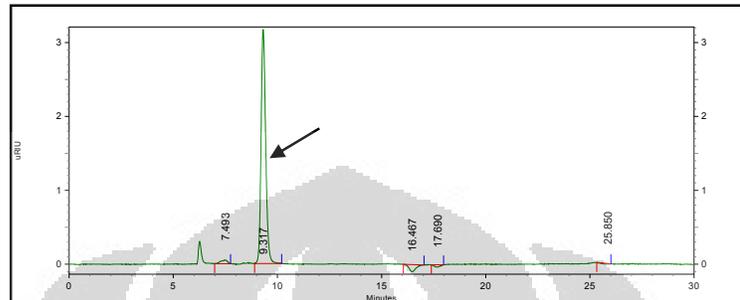
Konsentrasi 8.10^{-4} M



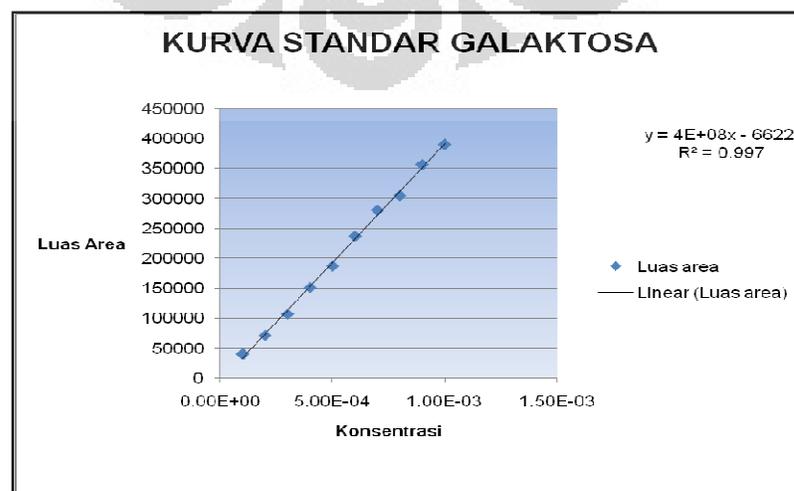
Konsentrasi 9.10^{-4} M



(lanjutan)

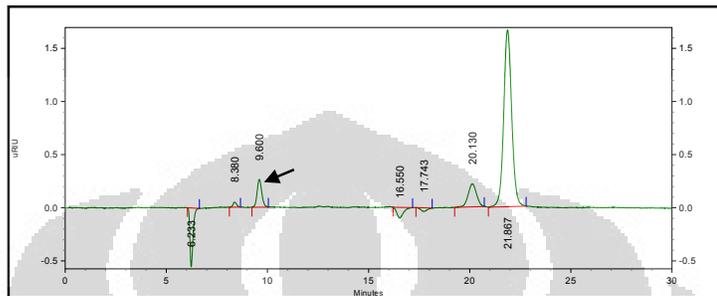
Konsentrasi 10^{-3} M

Konsentrasi	Luas Area
10^{-4}	40178
$2 \cdot 10^{-4}$	71131
$3 \cdot 10^{-4}$	106845
$4 \cdot 10^{-4}$	150861
$5 \cdot 10^{-4}$	187107
$6 \cdot 10^{-4}$	236869
$7 \cdot 10^{-4}$	280520
$8 \cdot 10^{-4}$	304524
$9 \cdot 10^{-4}$	356402
10^{-3}	389928

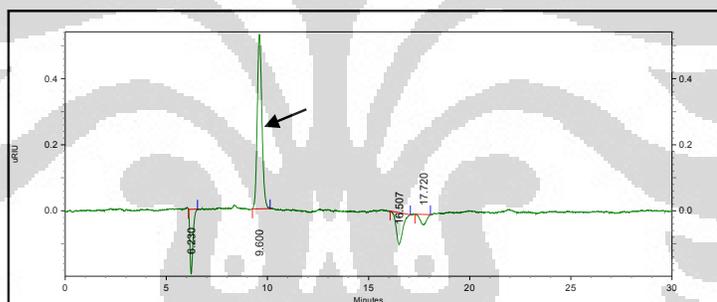
Gambar Kurva Standar Galaktosa

Lampiran 10
Data Kromatogram HPLC Standar Fruktosa

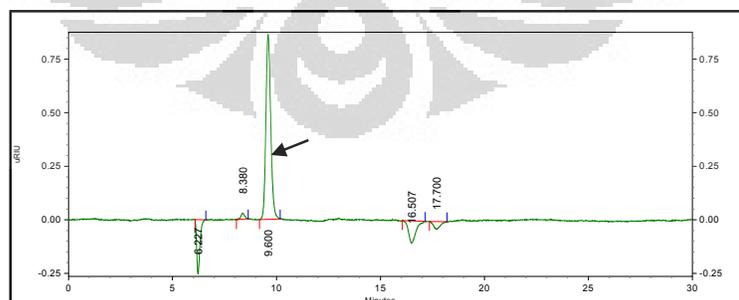
Konsentrasi 10^{-4} M



Konsentrasi $2 \cdot 10^{-4}$ M

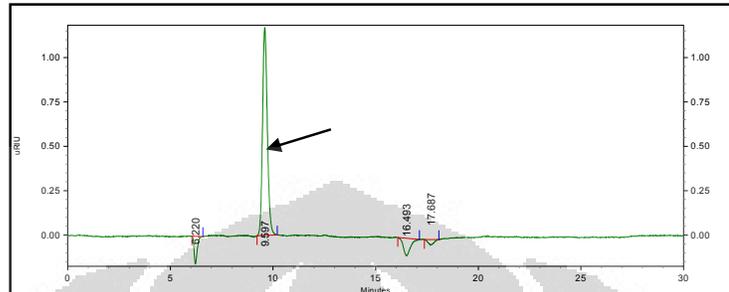


Konsentrasi $3 \cdot 10^{-4}$ M

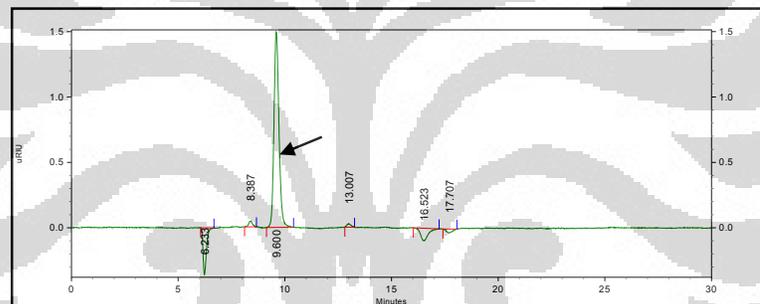


(lanjutan)

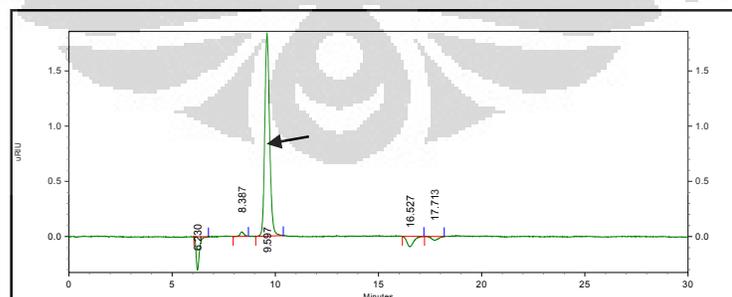
Konsentrasi 4.10^{-4} M



Konsentrasi 5.10^{-4} M

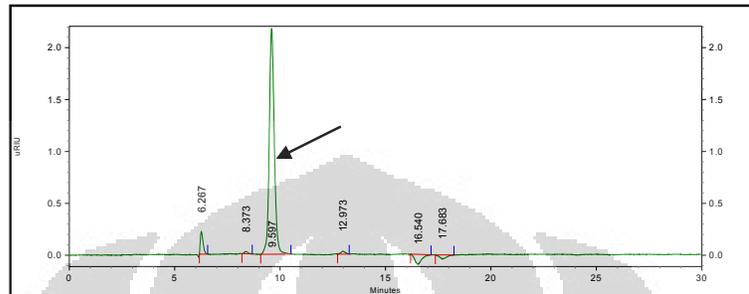


Konsentrasi 6.10^{-4} M

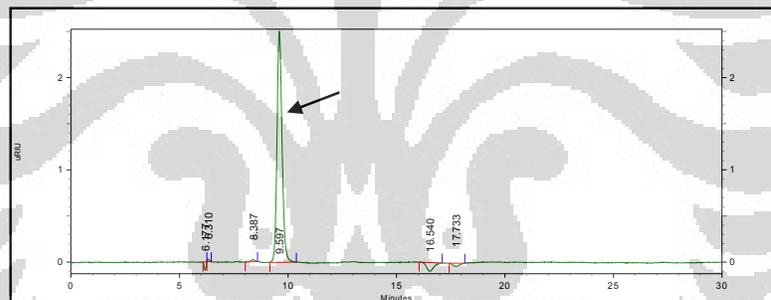


(lanjutan)

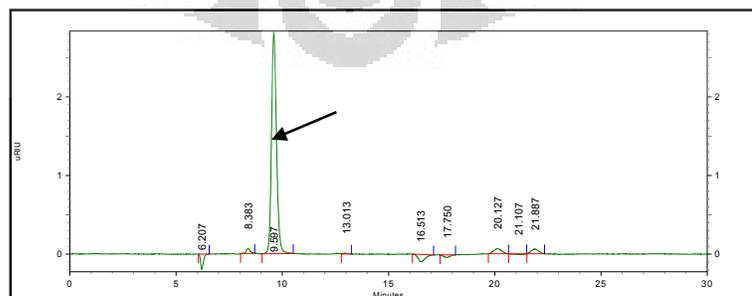
Konsentrasi 7.10^{-4} M



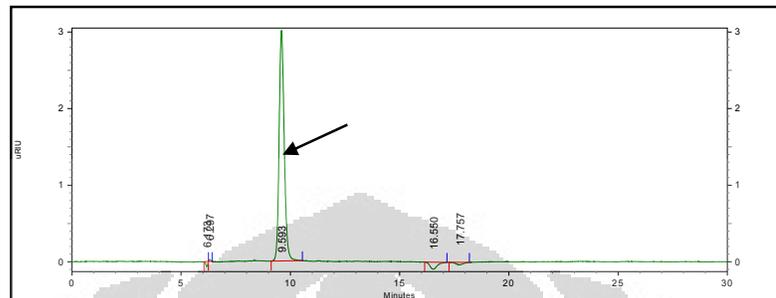
Konsentrasi 8.10^{-4} M



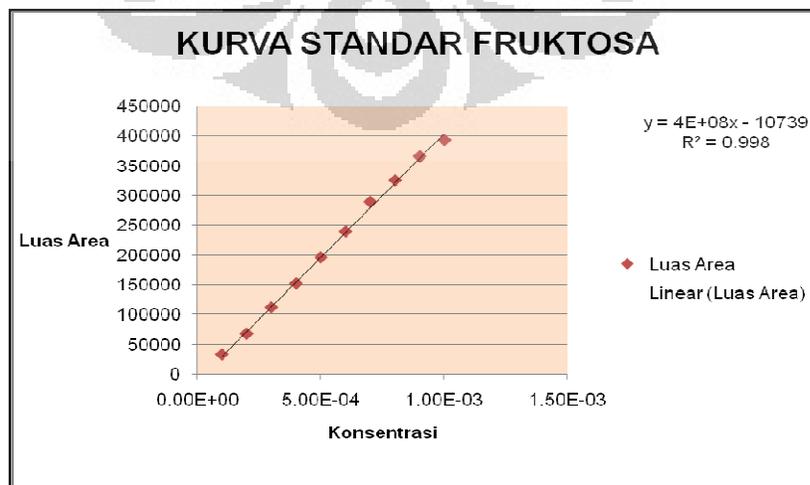
Konsentrasi 9.10^{-4} M



(lanjutan)

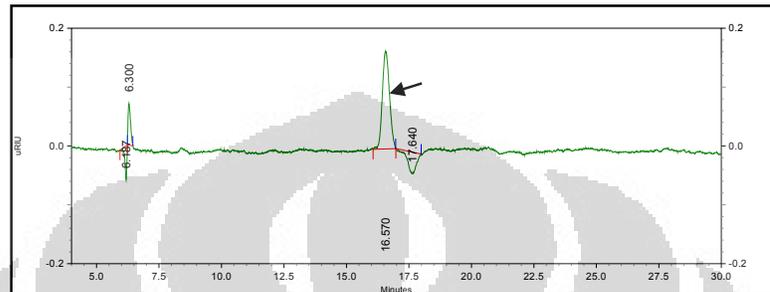
Konsentrasi 10^{-3} M

Konsentrasi	Luas Area
10^{-4}	33342
$2 \cdot 10^{-4}$	67747
$3 \cdot 10^{-4}$	111900
$4 \cdot 10^{-4}$	151718
$5 \cdot 10^{-4}$	195472
$6 \cdot 10^{-4}$	238735
$7 \cdot 10^{-4}$	288647
$8 \cdot 10^{-4}$	324679
$9 \cdot 10^{-4}$	364949
10^{-3}	392578

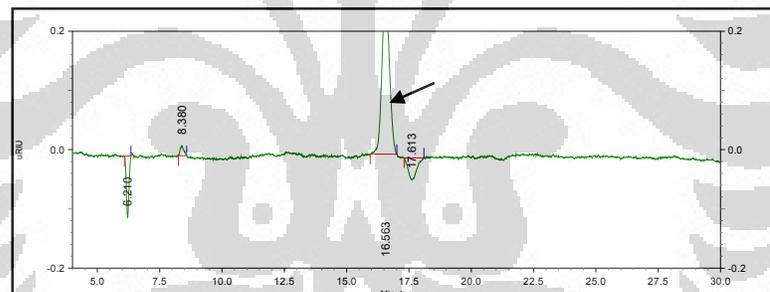
Gambar Kurva Standar Fruktosa

Lampiran 11
Data Kromatogram HPLC Standar Asam Levulinat

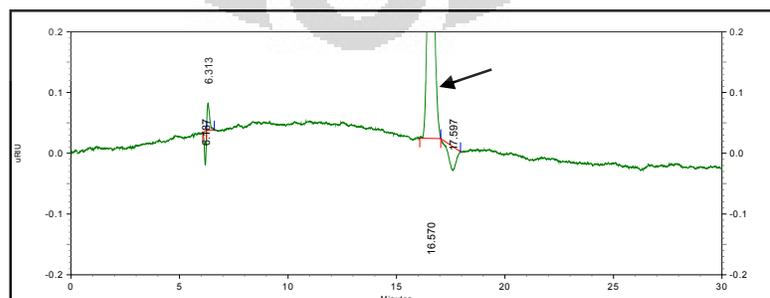
Konsentrasi 2.10^{-4} M



Konsentrasi 3.10^{-4} M

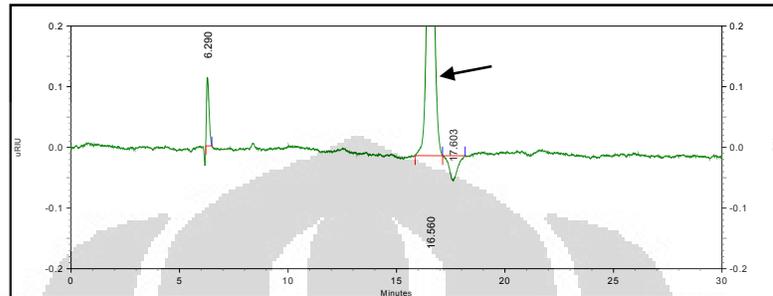


Konsentrasi 4.10^{-4} M

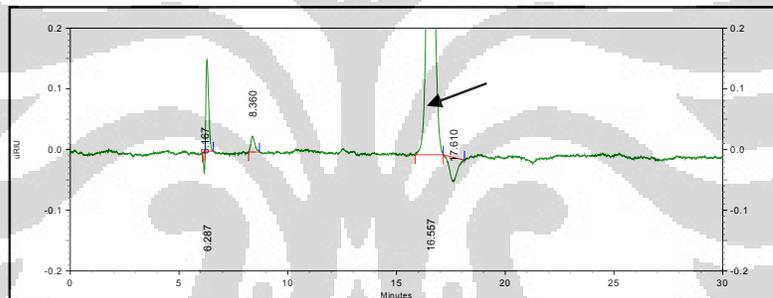


(lanjutan)

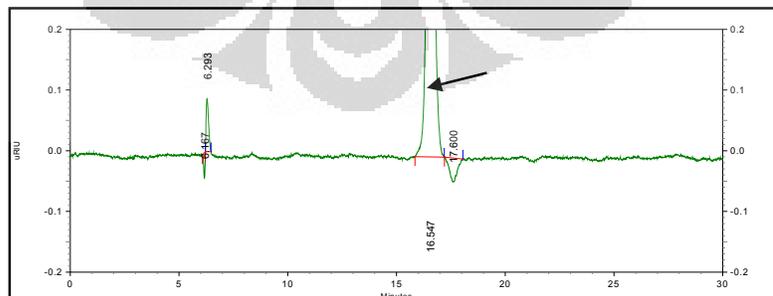
Konsentrasi 5.10^{-4} M



Konsentrasi 6.10^{-4} M

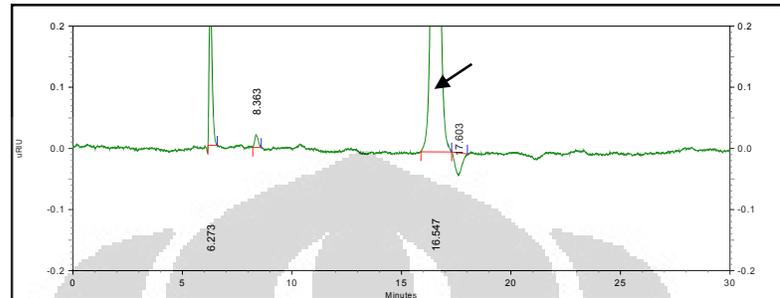


Konsentrasi 7.10^{-4} M

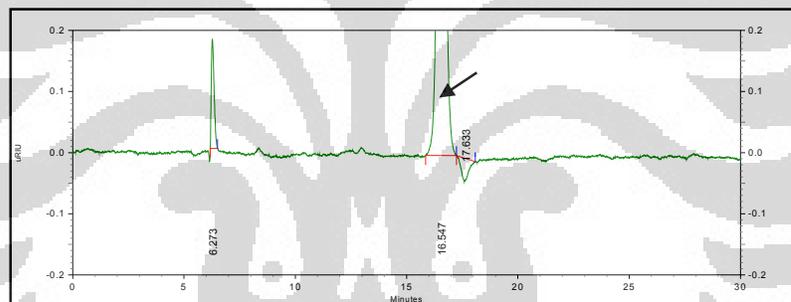


(lanjutan)

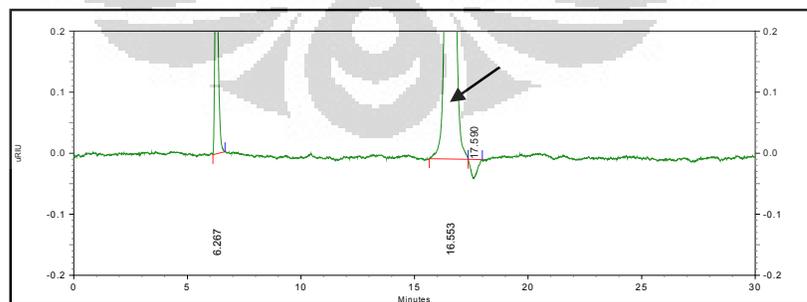
Konsentrasi $8 \cdot 10^{-4}$ M



Konsentrasi $9 \cdot 10^{-4}$ M



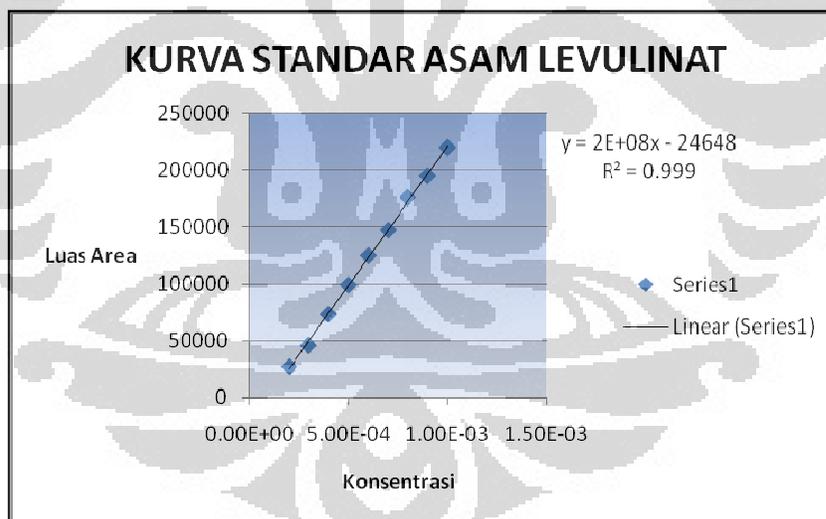
Konsentrasi 10^{-3} M



(lanjutan)

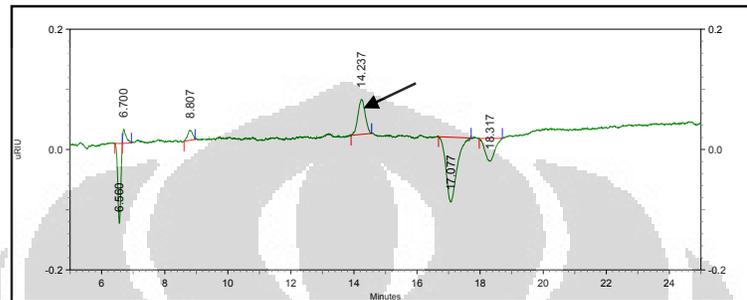
Konsentrasi	Luas Area
$2 \cdot 10^{-4}$	26457
$3 \cdot 10^{-4}$	45632
$4 \cdot 10^{-4}$	72516
$5 \cdot 10^{-4}$	98666
$6 \cdot 10^{-4}$	124121
$7 \cdot 10^{-4}$	146957
$8 \cdot 10^{-4}$	175270
$9 \cdot 10^{-4}$	194546
10^{-3}	219522

Gambar Kurva Standar Asam Levulinat

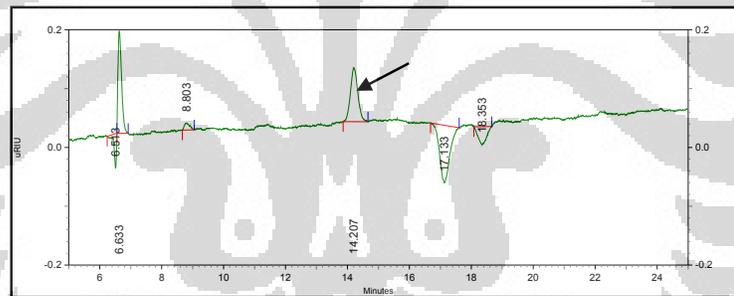


Lampiran 12
Data Kromatogram HPLC Standar Asam Format

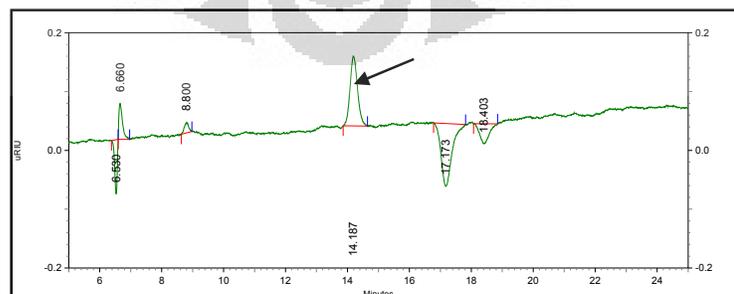
Konsentrasi $9,32 \cdot 10^{-5}$ M



Konsentrasi $1,86 \cdot 10^{-4}$ M

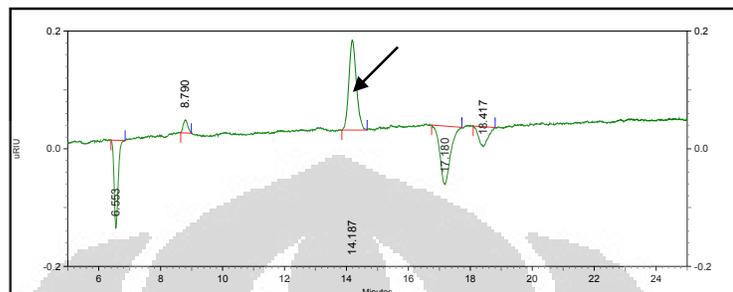


Konsentrasi $2,79 \cdot 10^{-4}$ M

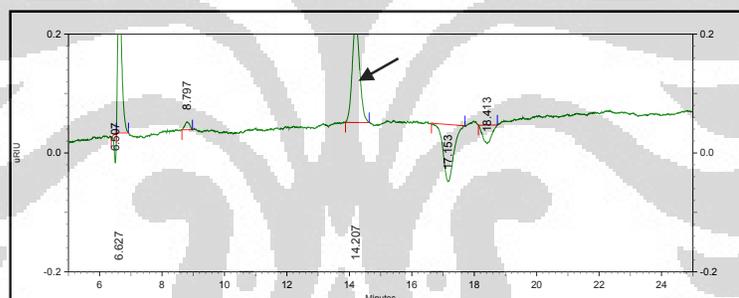


(lanjutan)

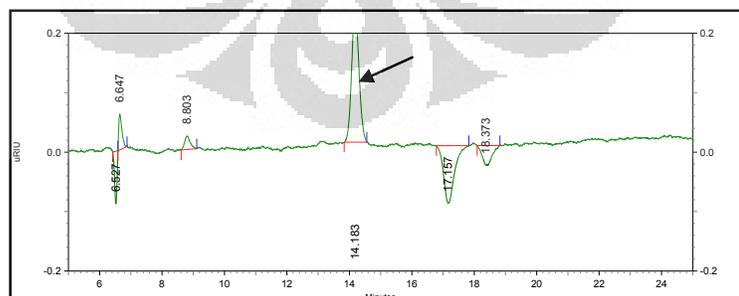
Konsentrasi $3,73 \cdot 10^{-4}$ M



Konsentrasi $4,66 \cdot 10^{-4}$ M

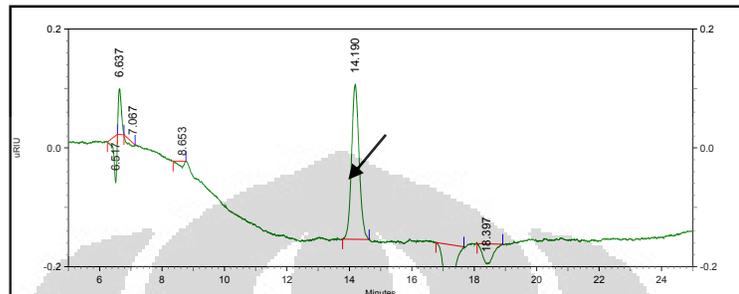


Konsentrasi $5,59 \cdot 10^{-4}$ M

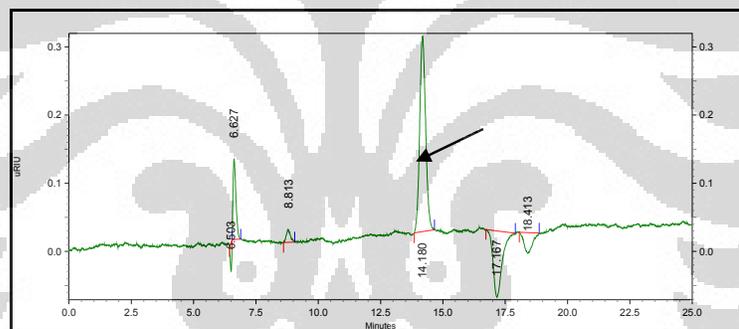


(lanjutan)

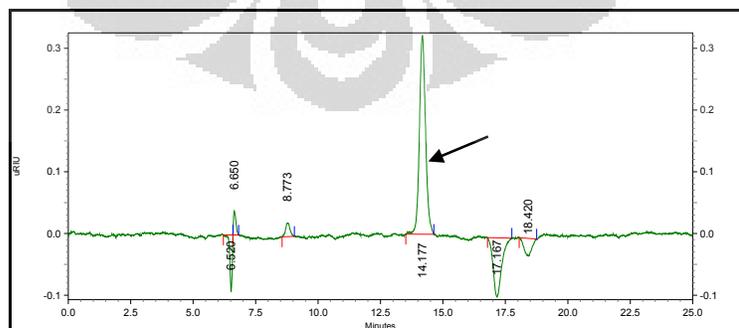
Konsentrasi $6,53 \cdot 10^{-4}$ M



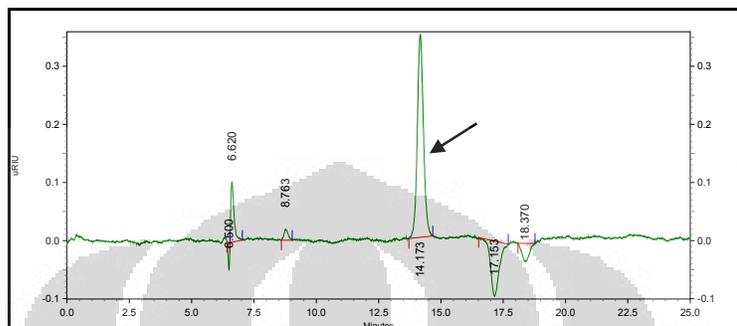
Konsentrasi $7,46 \cdot 10^{-4}$ M



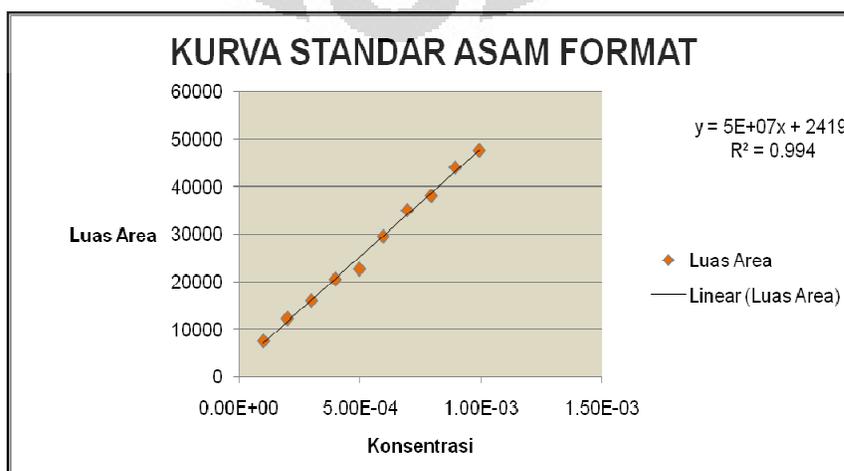
Konsentrasi $8,39 \cdot 10^{-4}$ M



(lanjutan)

Konsentrasi $9,32 \cdot 10^{-4}$ M

Konsentrasi	Luas Area
$9,32 \cdot 10^{-5}$	7446
$1,86 \cdot 10^{-4}$	12175
$2,79 \cdot 10^{-4}$	15976
$3,73 \cdot 10^{-4}$	20512
$4,66 \cdot 10^{-4}$	22582
$5,59 \cdot 10^{-4}$	29545
$6,53 \cdot 10^{-4}$	35049
$7,46 \cdot 10^{-4}$	38132
$8,39 \cdot 10^{-4}$	44059
$9,32 \cdot 10^{-4}$	47719

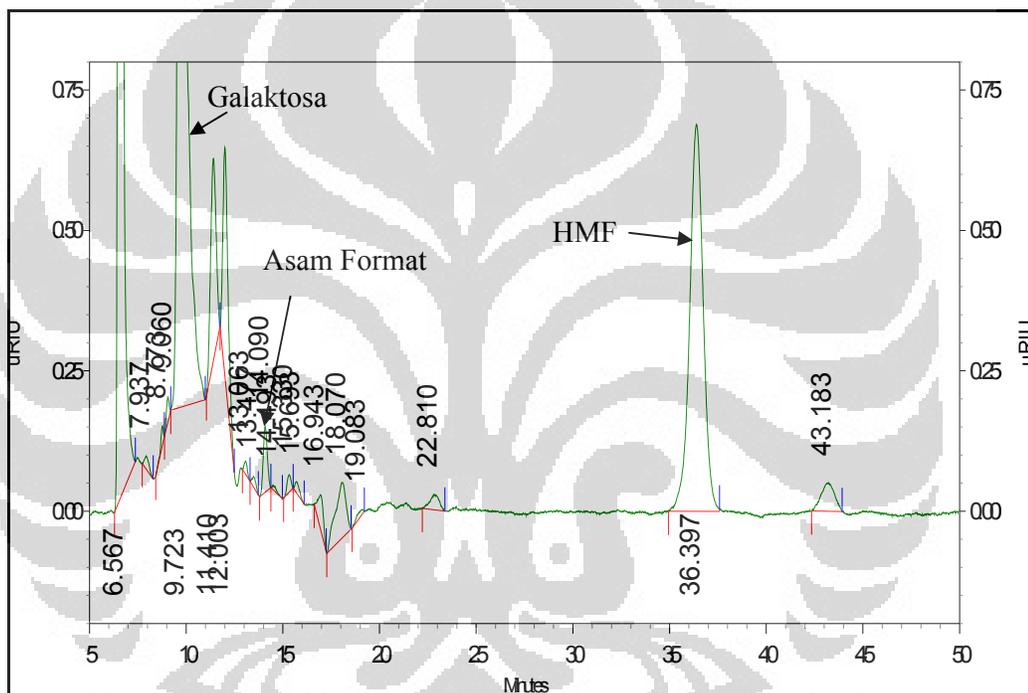
Gambar Kurva Standar Asam Format

Lampiran 13

Data Kromatogram HPLC Produk Reaksi dengan Katalis Homogen

Reaksi Galaktosa selama 2 jam

Sample ID : 1.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnetl_TKunpar\Data\spl.1.1.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnetl_TKunpar\Method\BG\aminex_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnetl_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq
 Injection volume : 20ul
 Mult. factor : 1
 Run time : 5/18/2010 3:22:02 PM

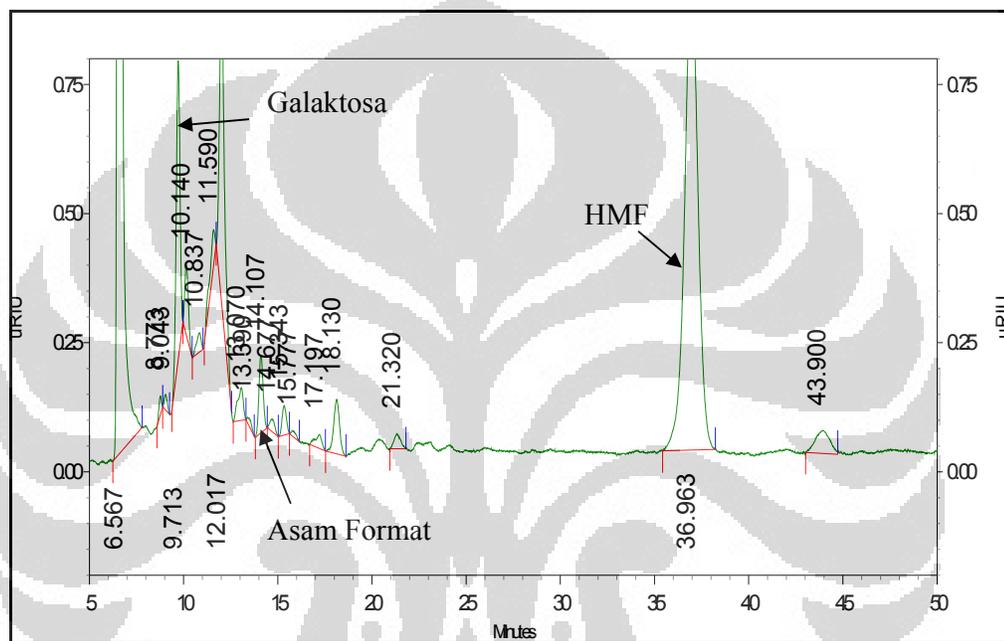


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
851189	268427	13658

(lanjutan)

Reaksi Galaktosa selama 4 jam

Sample ID : 2.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl.2.1.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 : 5/18/2010 10:15:41 AM

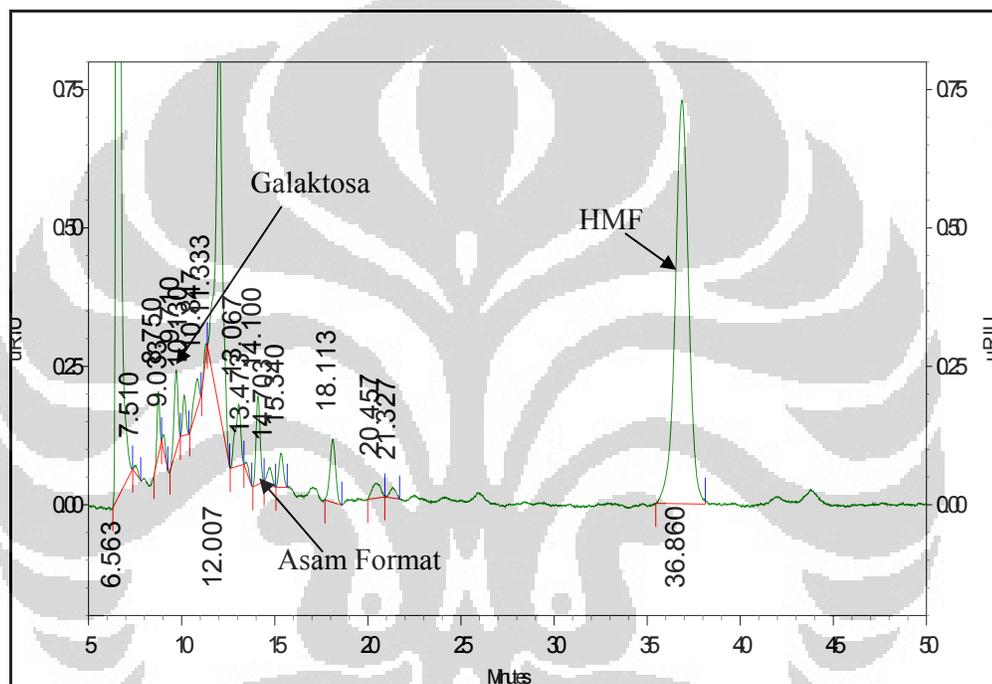


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
64500	366529	18510

(lanjutan)

Reaksi Galaktosa selama 6 jam

Sample ID : 3.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl.3.1.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 : 5/18/2010 11:17:00 AM

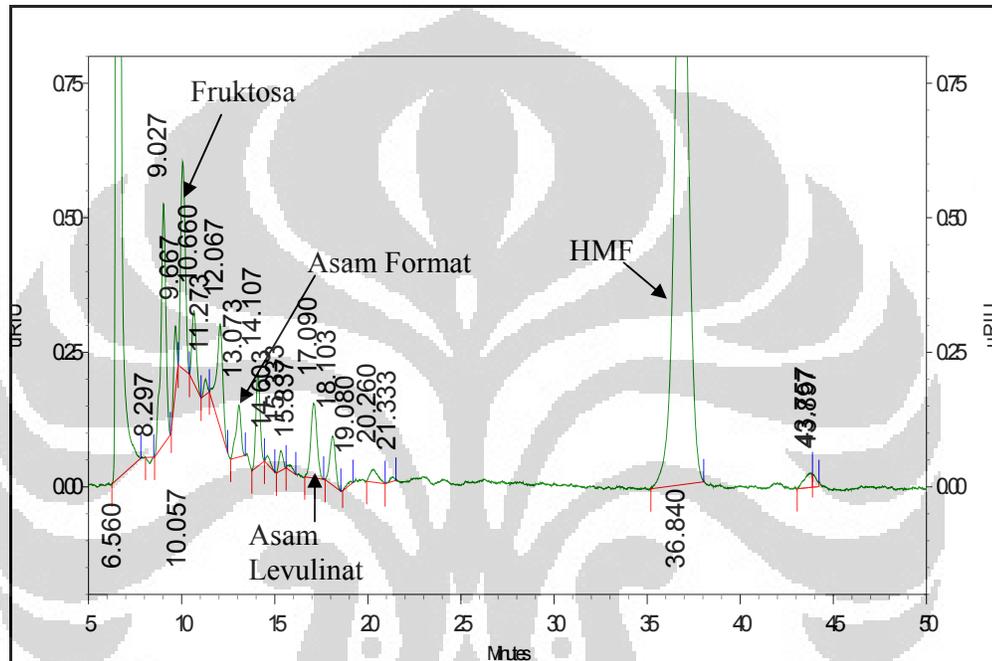


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
16668	291103	19205

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 2 jam

Sample ID : 1.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnetl_TKunpar\Data\spl.1.2.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnetl_TKunpar\Method\BGiaminex_hpx87h\hpx87h.20090907.60.met
 Sequence name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnetl_TKunpar\Sequence\gula\glukosa.seq
 Injection volume : 20ul
 Mult. factor : 1
 Run time : 5/18/2010 11:31:47 PM

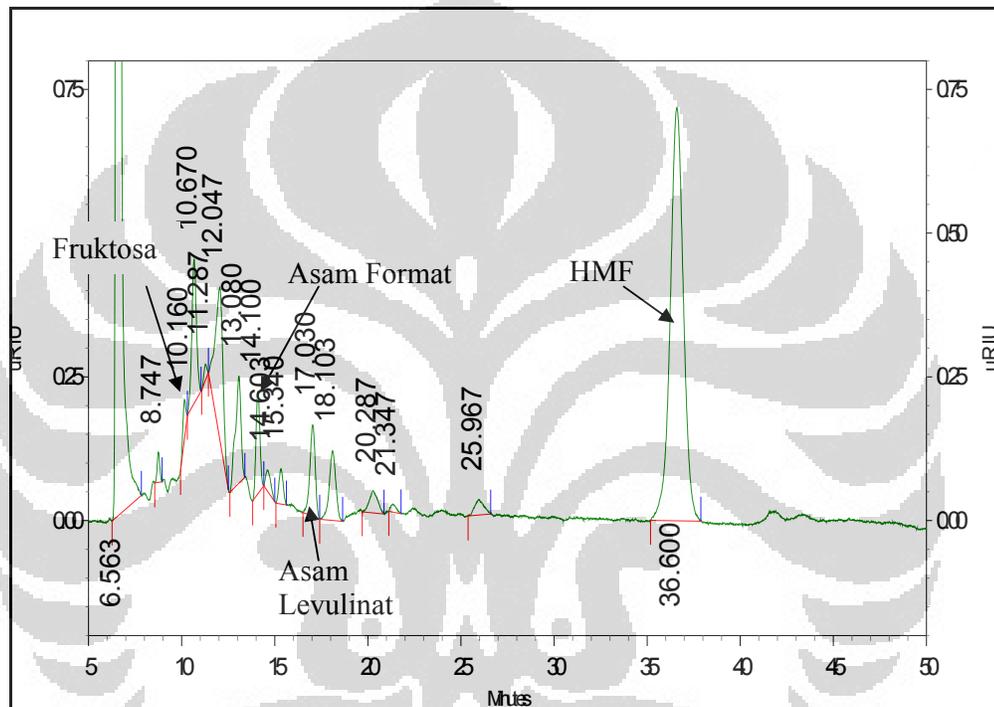


Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Levulinat	Luas Area Asam Format
52593	511455	25402	21926

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 4 jam

Sample ID : 2.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl.2.2.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\BGlaminex_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 : 5/18/2010 1:19:27 PM

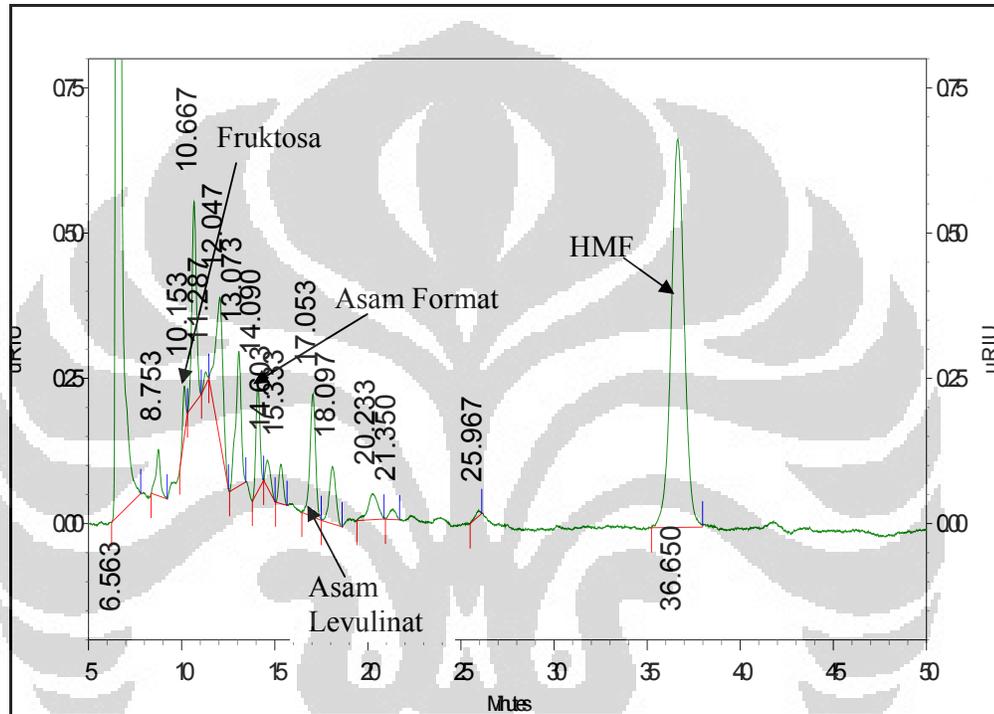


Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Levulinat	Luas Area Asam Format
5956	282999	25469	20904

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 6 jam

Sample ID : 3.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl.3.2.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\gula\glukosa.seq
 Injection volume : 20ul
 Mult. factor : 1
 Run time : 5/18/2010 6:25:39 PM



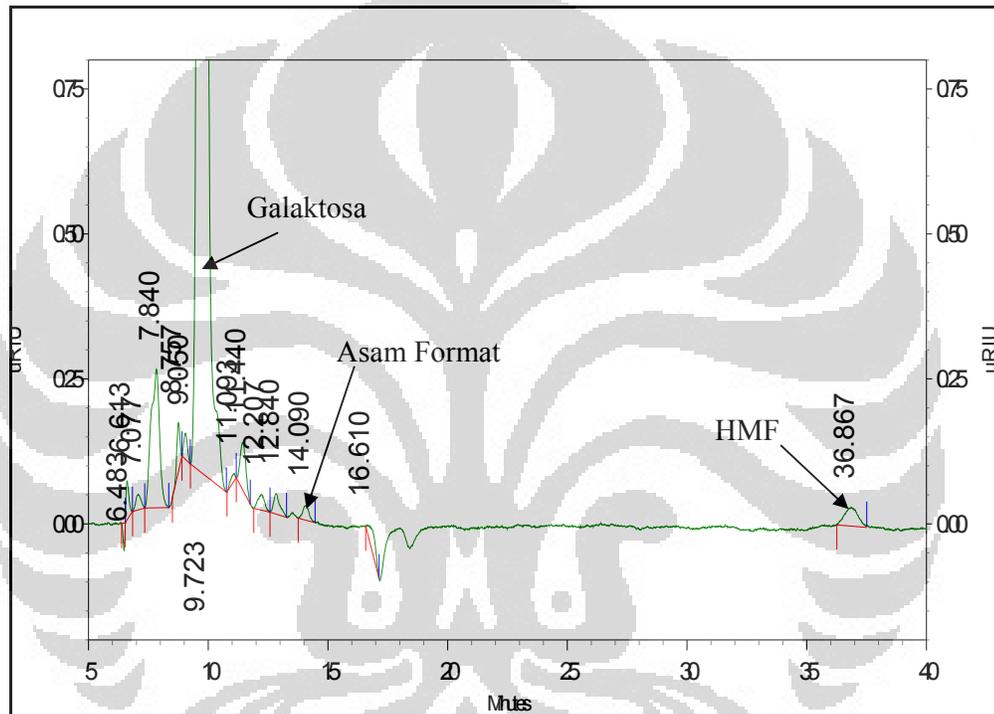
Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Levulinat	Luas Area Asam Format
7650	261875	35286	22011

Lampiran 14

Data Kromatogram HPLC Produk Reaksi dengan Katalis Heterogen

Reaksi Galaktosa selama 2 jam

Sample ID : 4.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl.4.1.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 : 5/18/2010 10:30:31 PM

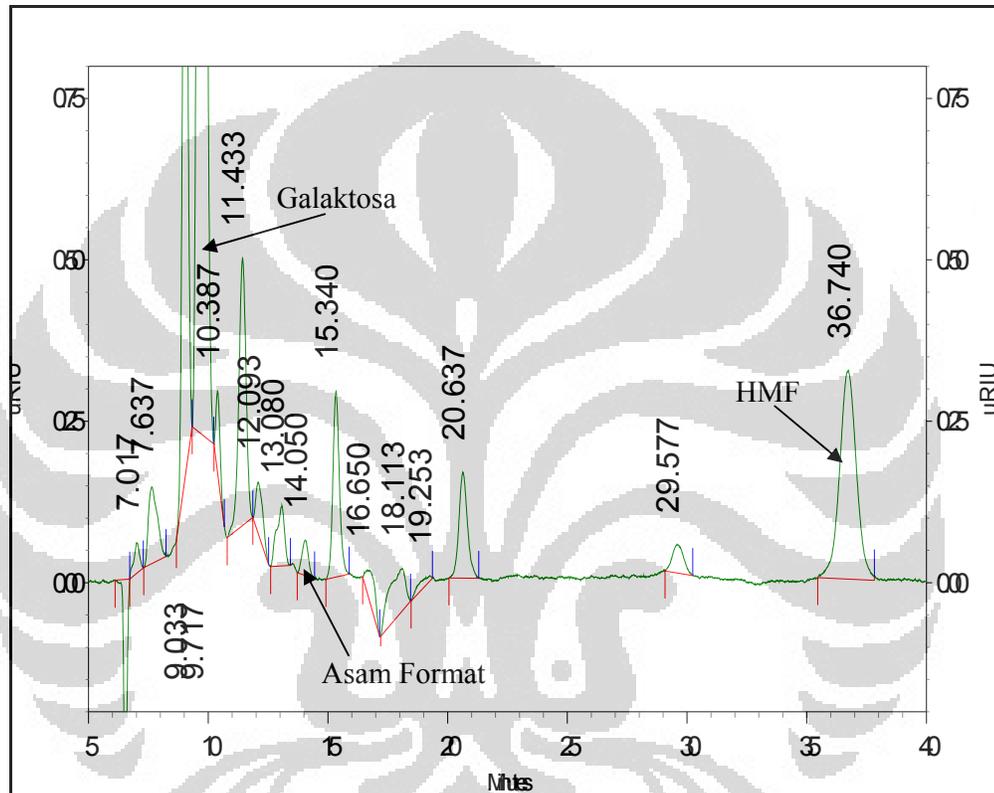


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
2039468	10106	3713

(lanjutan)

Reaksi Galaktosa selama 4 jam

Sample ID : 5.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl5.1.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\BGlaminex_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 : 5/18/2010 12:18:14 PM

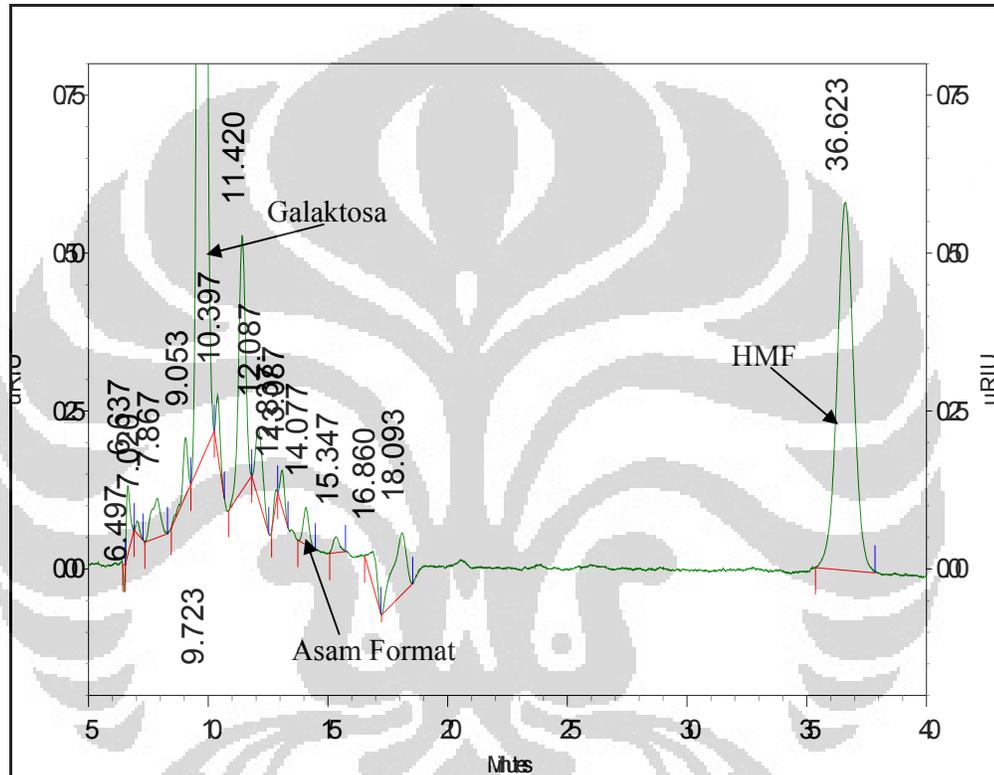


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
1222116	126056	8168

(lanjutan)

Reaksi Galaktosa selama 6 jam

Sample ID : 6.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl6.1.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\B\G\laminex_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 : 5/18/2010 5:24:26 PM

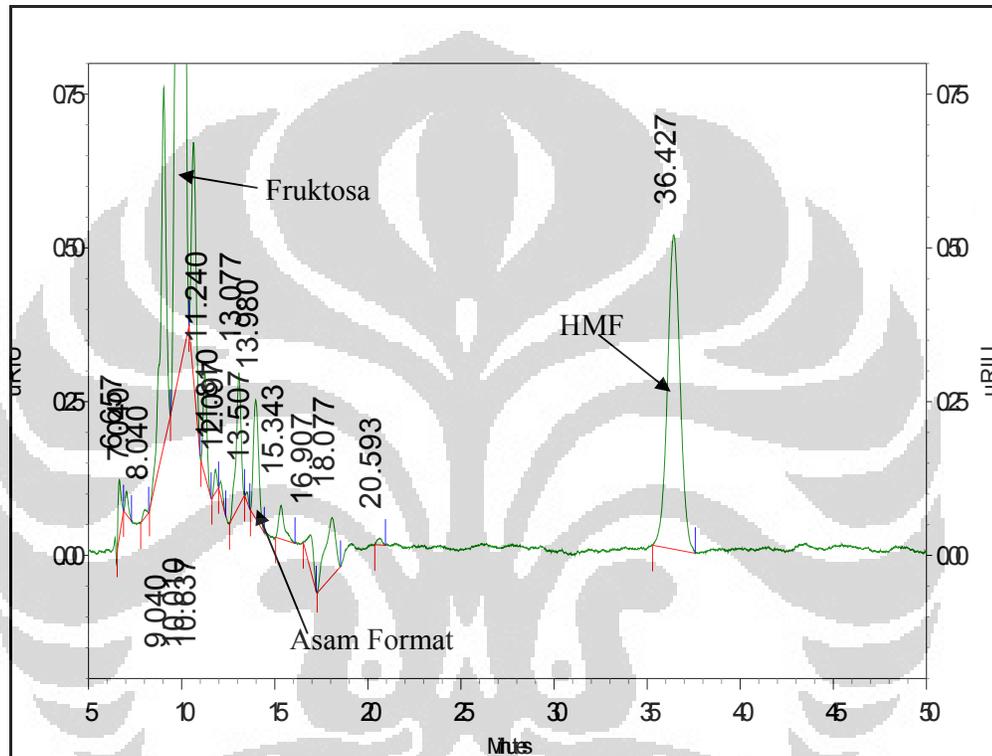


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
1070422	224841	7738

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 2 jam

Sample ID : 4.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl4.2.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\gula\glukosa.seq
 Injection volume : 20ul
 Mult. factor : 1
 Run time : 5/18/2010 2:20:46 PM

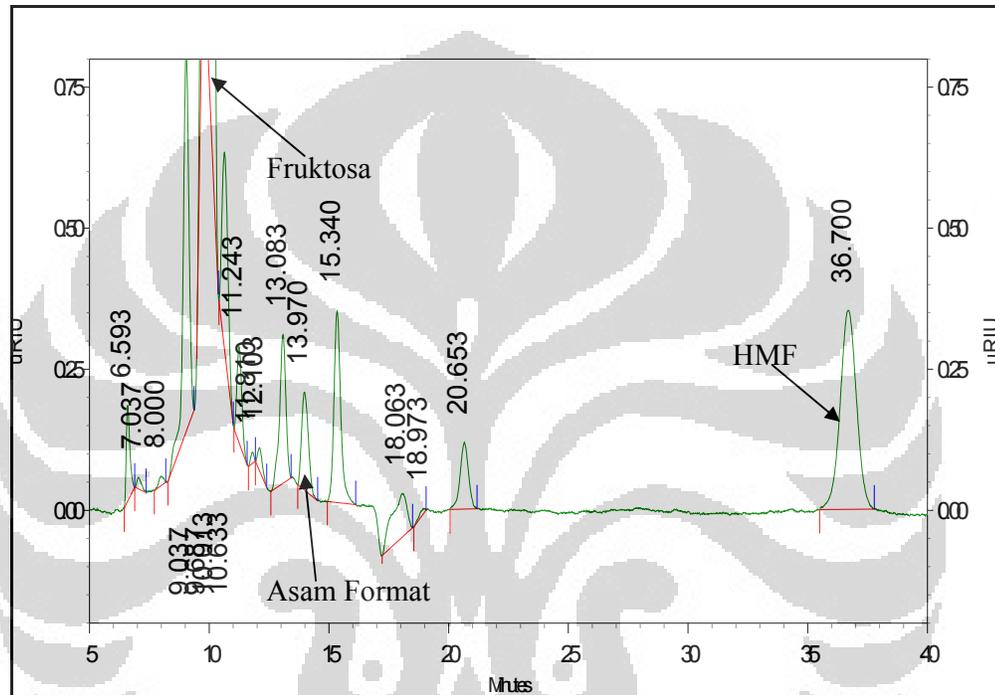


Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
889659	193081	29855

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 4 jam

Sample ID : 5.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl5.2.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\BGlaminex_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 : 5/18/2010 7:26:52 PM

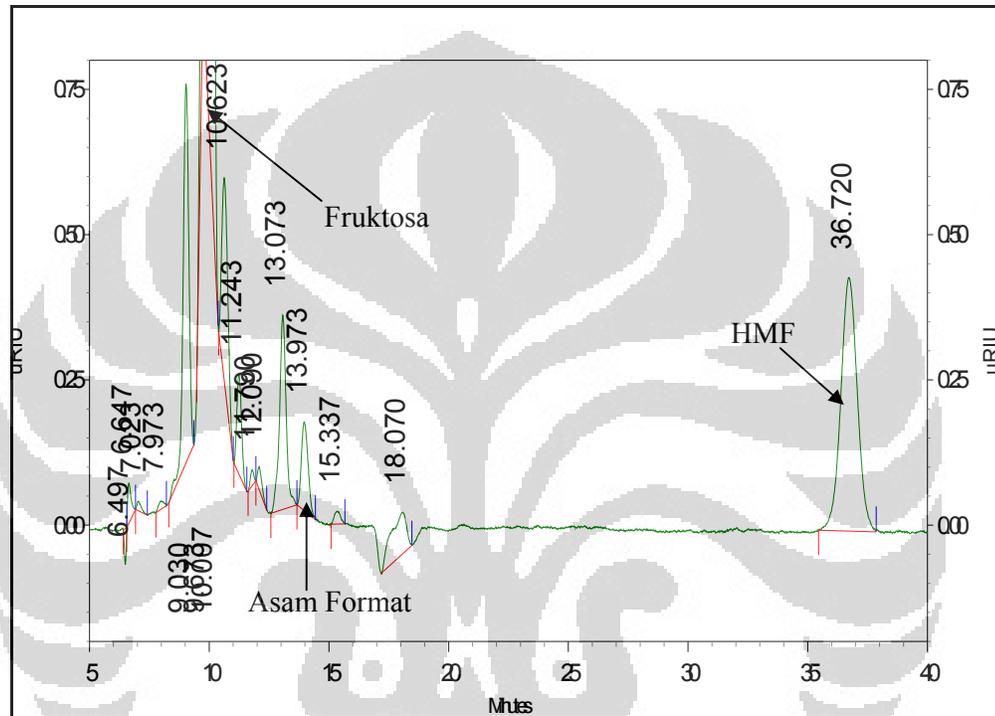


Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
826820	134288	27062

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 6 jam

Sample ID : 6.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\spl6.2.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\BGlaminex_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 : 5/18/2010 8:28:04 PM



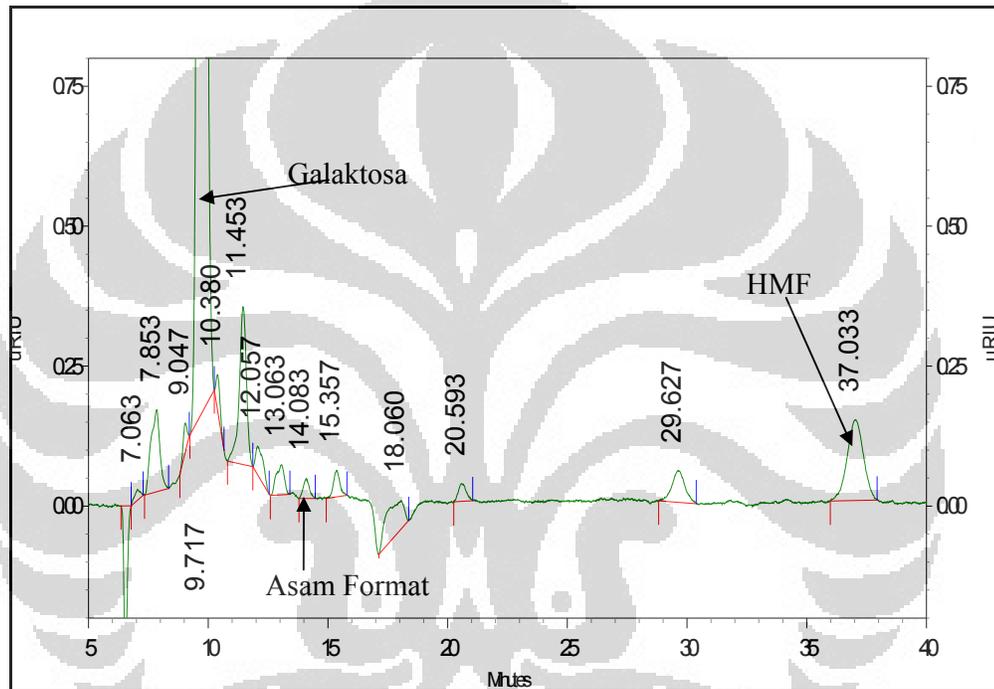
Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
787190	167459	23638

Lampiran 15

Data Kromatogram HPLC Produk Reaksi tanpa Katalis

Reaksi Galaktosa selama 2 jam

Sample ID : tk.1.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\tk.1.1.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 11:29:07 AM

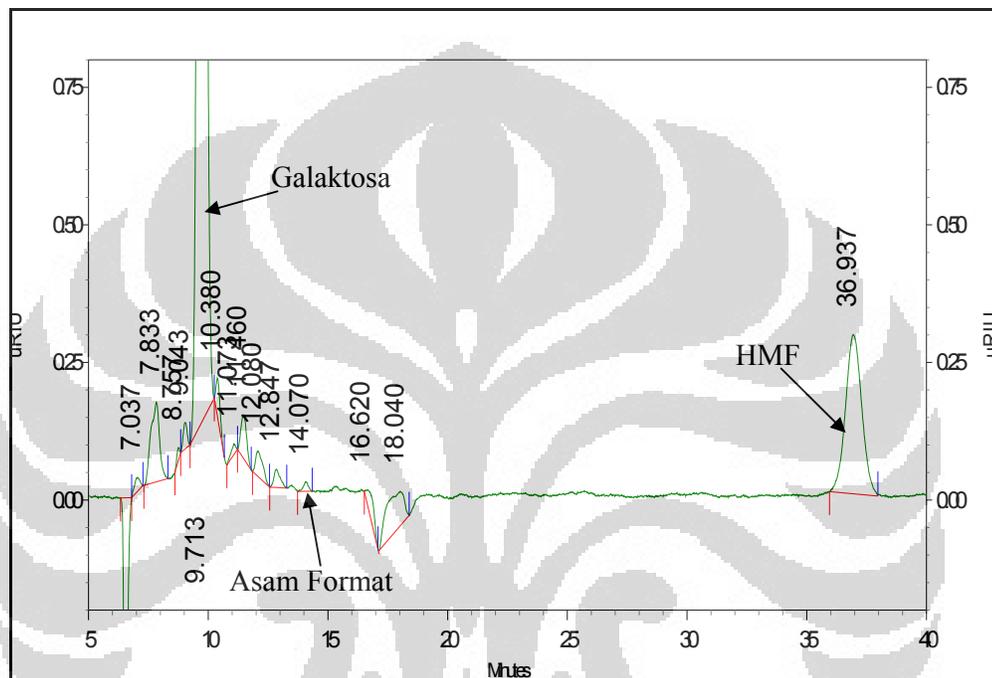


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
1519628	54658	5079

(lanjutan)

Reaksi Galaktosa selama 4 jam

Sample ID : tk.2.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\tk.2.1.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\BGlaminex_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 9:21:35 AM

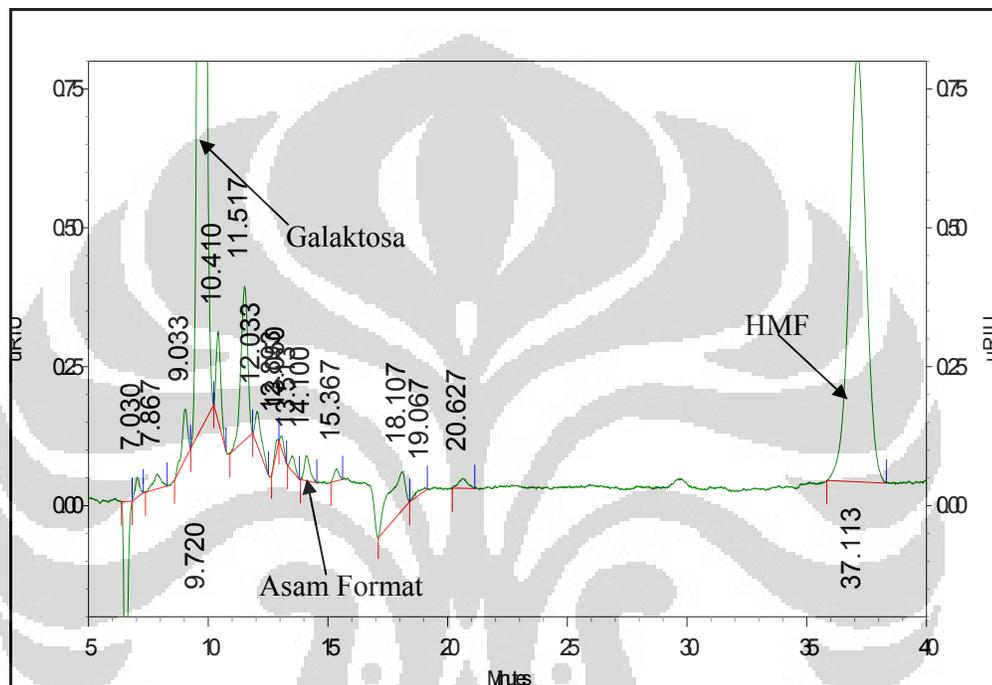


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
1536447	109429	2002

(lanjutan)

Reaksi Galaktosa selama 6 jam

Sample ID : tk.3.1
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\tk.3.1.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\BGlaminex_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 9:26:33 AM

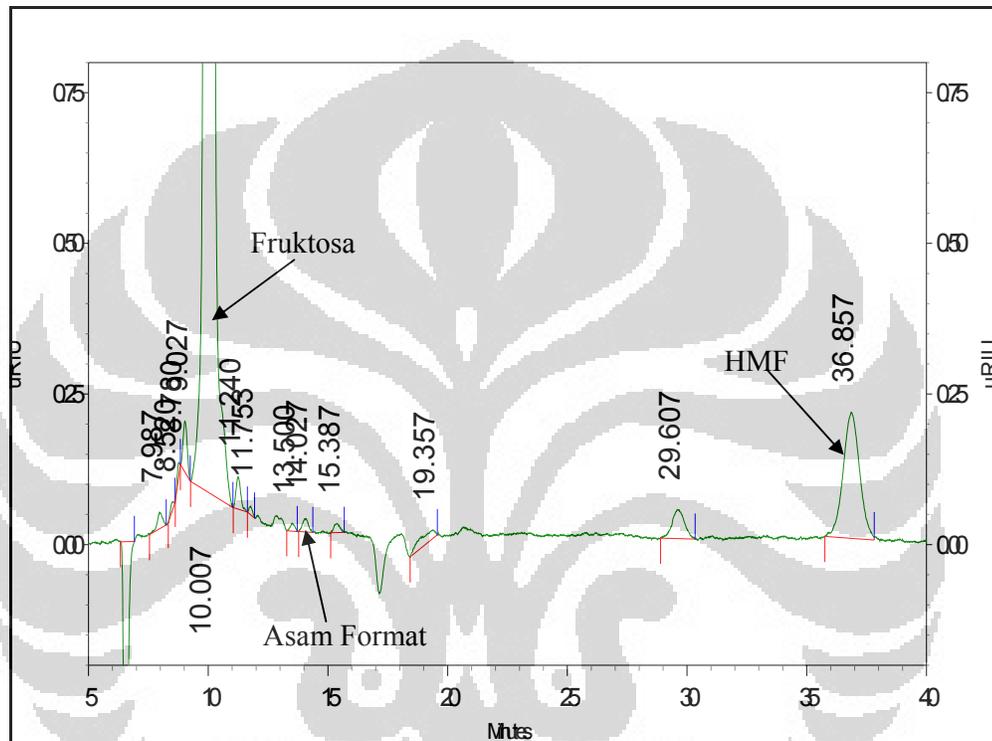


Luas Area Galaktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
904938	300280	5999

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 2 jam

Sample ID : tk.1.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\tk.1.2.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\gula\glukosa.seq
 Injection volume : 20ul
 Mult. factor : 1
 Run time : 5/19/2010 10:22:49 AM

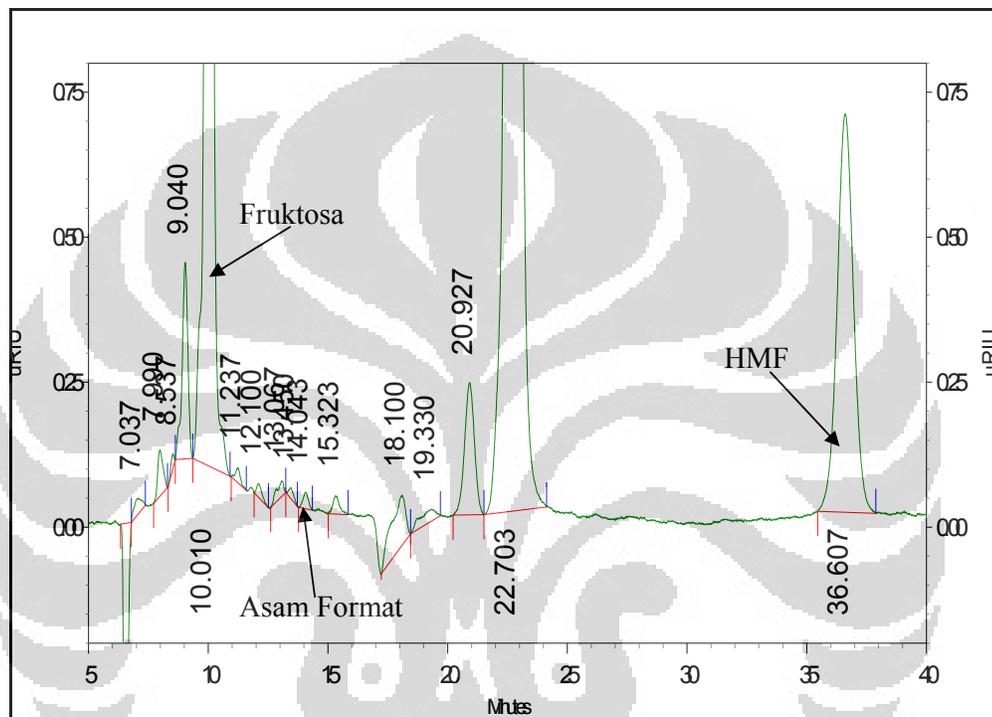


Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
1705845	80062	3015

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 4 jam

Sample ID : tk.2.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\tk.2.2.dat
 Method name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Method\B\G\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 12:25:19 PM

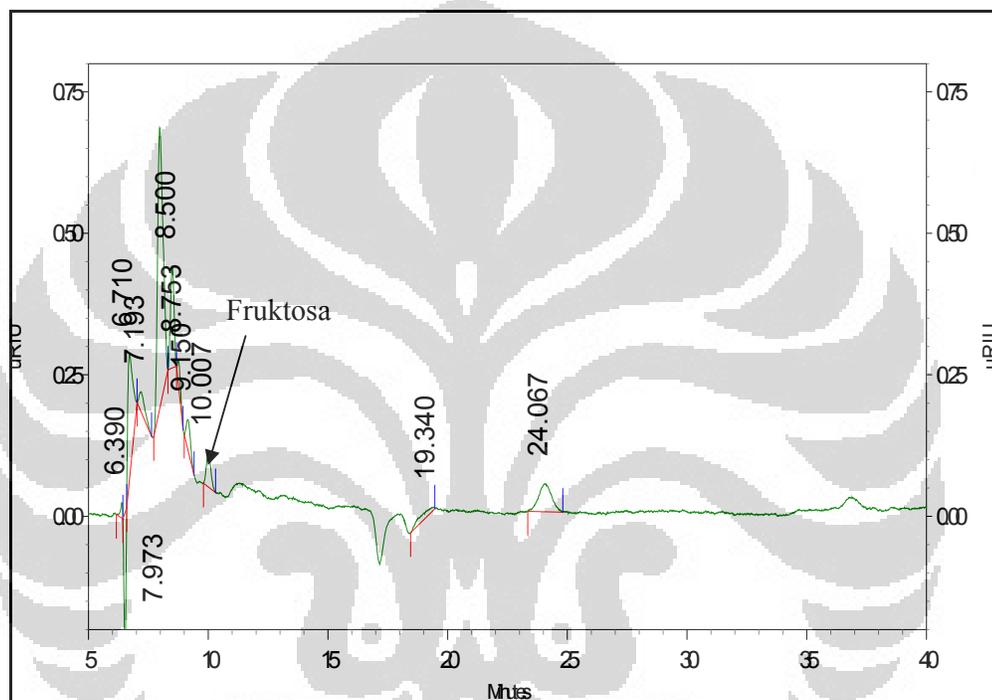


Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
896165	261177	3526

(lanjutan)

Reaksi Fruktosa selama 6 jam

Sample ID : tk.3.2
 File name : C:\EZChrom Elite\Enterprise\Projects\mpnelt_TKunpar\Data\tk.3.2.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\gula\glukosa.seq
 Injection volume : 20ul
 Mult. factor : 1
 Run time : 5/20/2010 1:31:33 PM



Luas Area Fruktosa	Luas Area HMF	Luas Area Asam Format
6349	—	—