



SKRIPSI –TK141581

**SINTESIS KOMPOSIT SILIKA-KARBON
SEBAGAI KATALIS ASAM PADAT**

Oleh :

Valentino Pratama Reko Pareira

2313100039

Prasetiyo Lumadi

2313100065

Dosen Pembimbing :

Dr. Widiyastuti S.T., M.T.

NIP. 19750306 200212 2 002

Ni Made Intan Putri Suari S.T., M.T.

NIP. 19890106 201504 2 002

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT –TK141581

**SYNTHESIS OF SILICA-CARBON AS SOLID
ACID CATALYST**

Authors :

Valentino Pratama Reko Pareira

2313100039

Prasetiyo Lumadi

2313100065

Advisors :

Dr. Widiyastuti S.T., M.T.

NIP. 19750306 200212 2 002

Ni Made Intan Putri Suari S.T., M.T.

NIP. 19890106 201504 2 002

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

“SINTESIS KOMPOSIT SILIKA-KARBON SEBAGAI KATALIS ASAM PADAT”

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

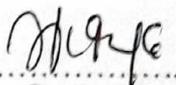
Oleh :

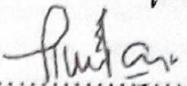
Valentino Pratama R P
Prasetiyo Lumadi

NRP. 2313 100 039
NRP. 2313 100 065

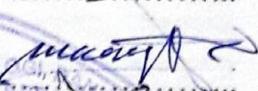
Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr.Widiyastuti, S.T., M.T.
(Pembimbing)
2. Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.
(Pembimbing)
3. Prof.Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.
(Penguji I)
4. Prof.Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.
(Penguji II)
5. Dr. Eva Oktavia Ningrum, S.T., MS
(Penguji III)


.....


.....


.....


.....


.....



Surabaya, Juli 2017

SINTESIS KOMPOSIT SILIKA-KARBON SEBAGAI KATALIS ASAM PADAT

Nama : Valentino Pratama R P (2312100039)
Prasetiyo Lumadi (2312100065)
Jurusan : Teknik Kimia ITS
Pembimbing : Dr. Widiyastuti S.T., M.T
Ni Made Intan Putri Suari S.T., M.T

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi PEG terhadap karakteristik komposit silika-karbon sebagai katalis asam serta pengaruh lama sulfonasi terhadap katalis asam yang dihasilkan. Prosedur sintesis meliputi tahapan – tahapan berikut : (a) pembuatan silika gel, (b) impregnasi pori silika dengan karbon, (c) karbonisasi, (d) sulfonasi, dan (e) karakterisasi produk yang dihasilkan. Pembuatan silika gel dengan menggunakan PEG sebagai sumber karbon dibuat dengan menambahkan larutan PEG kedalam HCl 1 M yang kemudian dicampurkan kedalam *waterglass*. *Template* dihilangkan dengan kalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam. Sulfonasi dilakukan dengan mencampurkan komposit silika-karbon dengan larutan H₂SO₄ pekat 98% dan dipanaskan pada suhu 150⁰C dengan variabel waktu. Sampel dikarakterisasi dengan Adsorpsi/Desorpsi Nitrogen, *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) dan *Energy Dispersive X-Ray Analysis* (EDAX), Spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), uji kapasitas ion, serta uji reaksi esterifikasi. Berdasarkan hasil penelitian, didapatkan *surface area* terbaik tercapai pada *template* PEG 3 gram yaitu sebesar 287,109 m²/g sedangkan. Nilai *surface area* berbanding lurus dengan nilai kapasitas ion dimana nilai kapasitas ion terbesar untuk variabel

PEG 3 gram adalah 6,31 meq/gr. Yield hasil reaksi terbesar didapat pada variabel PEG 2 gram waktu sulfonasi 10 jam sebesar 31,01%

Kata kunci : komposit silika-karbon, katalis asam, PEG

SYNTHESIS SILICA-CARBON COMPOSITE AS SOLID ACID CATALYST

Authors : Valentino Pratama R P (2312100039)
Prasetiyo Lumadi (2312100065)
Department : Chemical Engineering ITS
Advisors : Dr. Widiyastuti S.T., M.T
Ni Made Intan Putri Suari S.T., M.T.

ABSTRACT

This study was purposed to study the effect of PEG concentration, and sulfonation process of the characteristics of carbon-silica composite produced for acid catalyst. The synthesis procedure involved the following steps : (a) synthesis of silica gel, (b) impregnation of the silica pores with a carbon precursor, (c) carbonization, (d) sulfonation, and (e) characterization of the carbon-silica composite. Silica gel using PEG as the carbon source was prepared by adding PEG solution into HCl 1 M which is mixed with waterglass solution. Template was removed by calcination at 550°C for 5 hours. Sulfonation by mixing silica - carbon composite with 98% H₂SO₄ and heated at temperature 150⁰ C with variable of time. Samples were characterized by N₂ adsorption/desorption, Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDAX), Spectra FTIR (Fourier Transform Infra-Red), Ionic Capacity Experiment, and Esterification Reaction Experiment. Based on the results, the greatest surface area reached at PEG 3 grams which was 287,109 m²/gram. The value of surface area was linier with the value of ion capacity where the greatest ion capacity reached at PEG 3 grams which was 6,31 meq/gram. The greatest yield product of methyl acetate reaction reached at PEG 2 g with sulfonation time 10 hours produced yield 31.01%.

Keywords: silica-carbon composite, acid catalyst, PEG

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penyusun panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan berkat dan karunia-Nya kepada penyusun sehingga penyusun mampu menyelesaikan Laporan Proposal Skripsi yang berjudul **“Sintesis Silika-Karbon sebagai Katalis Asam Padat”** serta mampu menyelesaikan laporan ini sesuai dengan waktu yang telah ditentukan. Dalam penyusunan tugas akhir ini, penulis banyak mendapatkan bantuan baik secara langsung maupun tidak langsung dari beberapa pihak, Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Tuhan Yang Maha Esa atas karunia-Nya sehingga kami dapat berkesempatan untuk mengerjakan tugas akhir ini dengan baik dan lancar.
2. Orang tua serta saudara – saudara kami, untuk doa, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
3. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D selaku Kepala Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
4. Ibu Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. selaku Kepala Laboratorium Elektrokimia dan Korosi
5. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng. dan Ibu Ni Made Intan Putri Suari S.T., M.T. selaku Dosen Pembimbing atas bimbingan dan saran yang diberikan.
6. Semua teman-teman seperjuangan serta kakak-kakak tercinta elkimkor *crew* yang membantu memberikan *support*.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih berada jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan adanya kritik dan saran yang bersifat konstruktif dari semua pihak bagi kesempurnaan laporan ini. Penyusun berharap pula laporan ini dapat bermanfaat bagi pembaca pada umumnya dan bagi penyusun pada khususnya. Terima kasih.

Surabaya, Juli 2017

Penyusun

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar belakang	1
I.2 Rumusan masalah	2
I.3 Tujuan penelitian	2
I.4 Manfaat penelitian.....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Silika gel	5
II.2 Metode sol-gel	6
II.3 Silika karbon	9
II.4 Komposit Silika – Karbon Tersulfonasi.....	9
II.5 Adsorpsi dan karakterisasi partikel berpori	10
II.6 Penelitian Terdahulu	15
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1 Lingkup penelitian.....	21
III.2 Bahan penelitian.....	21
III.3 Metode Penelitian.....	22
III.4 Karakterisasi produk.....	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
IV.1 Karakteristik Komposit Silika-Karbon dengan <i>Template</i> PEG	29
IV.2 Adsorpsi/Desorpsi Komposit Karbon Silika dengan <i>Template</i> PEG	30
IV.3 Komposisi Unsur Komposit Karbon Silika dengan <i>Template</i> PEG	33
IV.4 Morfologi Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon ...	35
IV.5 Uji Gugus Fungsi Katalis Berbasis Komposit Silika- karbon	36

IV.6 Uji Kapasitas Ion Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon	38
IV.7 Uji Performa Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon	39
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1 Kesimpulan	43
V.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	xiii

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1 Proses sol – gel silika dan produk yang dihasilkan ..7	
Gambar II.2 Ilustrasi pembentukan komposit silika-karbon tersulfonasi	10
Gambar III.1 Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika-Karbon dengan PEG	22
Gambar III.2 Skema Rangkaian Alat <i>Pyrolysis Reactor</i>	24
Gambar III.3 Skema Rangkaian Alat untuk Proses Sulfonasi	24
Gambar III.4 Alat uji adsorpsi – desorpsi nitrogen dengan metode BET	25
Gambar IV.1 Bentuk Fisik Komposit Silika-karbon dengan Variabel Massa PEG	30
Gambar IV.2 Grafik <i>Surface Area</i> Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG	32
Gambar IV.3 Grafik Total Volume Pori Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG	32
Gambar IV.4 Grafik Diameter Pori Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG	33
Gambar IV.5 Hasil Uji EDX Komposit Silika-karbon dengan Variabel Massa PEG	34
Gambar IV.6 Hasil Analisa SEM	36
Gambar IV.7 Spektra FTIR Katalis Asam Berbasis Komposit Silika-karbon ber-template PEG 3 gram	38
Gambar IV.8 Hasil Uji Performa Katalis dengan Reaksi Esterifikasi pada Komposit Silika-Karbon Variabel 5 Jam Sulfonasi	40
Gambar IV.9 Hasil Perbandingan Komposit Silika-Karbon dengan Waktu Sulfonasi 5 Jam dan 10 Jam pada Uji Performa Katalis	41

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR TABEL

Tabel IV.1 Karakteristik Pori Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG	31
Tabel IV.2 Komposisi Unsur Komposit Silika-karbon dengan Variabel Massa PEG	35
Tabel IV.3 Nilai Kapasitas Ion Komposit Silika-karbon dengan <i>Template</i> PEG pada Berbagai Konsentrasi PEG dan Lama Sulfonasi	39

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Penelitian

Dalam dunia industri, katalis sudah tak asing lagi digunakan baik di industri perminyakan, kelapa sawit, biodiesel, industri bahan kimia, dan lain sebagainya. Katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi suatu reaksi sehingga reaksi berjalan lebih cepat. Katalis dibedakan menjadi dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen lebih unggul dibandingkan katalis homogen sebab lebih mudah dalam proses pemisahannya karena antara reaktan dengan katalisnya memiliki fase yang berbeda. Dalam dunia industri, ada beberapa jenis katalis yang paling banyak digunakan yaitu katalis asam dan katalis basa. Penggunaan katalis asam memiliki keunggulan dibandingkan penggunaan katalis basa karena katalis asam akan tetap efektif pada minyak nabati yang mengandung asam lemak bebas >1% sedangkan katalis basa akan tidak stabil dan rusak pada kondisi tersebut (Wahyuni and Setyawan 2013). Dalam penelitian ini, keluaran yang dihasilkan berupa katalis asam padat dari komposit silika-karbon. Karakteristik katalis yang diharapkan adalah memiliki kereaktifan yang tinggi, murah, ramah lingkungan, waktu reaksi yang singkat, dan penanganannya yang mudah (Shaterian and Yarahmadi 2008).

Silika merupakan senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 (*silicon dioxide*) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati, dan sintesis kristal. Penelitian tentang silika telah banyak dilakukan karena silika memiliki karakteristik yang unik. Silika memiliki luas permukaan dan volume yang besar serta struktur pori yang teratur. Selain itu, silika merupakan senyawa yang memiliki banyak gugus silanol (Si-OH) pada permukaannya yang memungkinkan penyediaan tempat bagi senyawa lain untuk dicangkokkan (Chavan dkk, 2008). Silika memiliki kestabilan yang baik, luas permukaan yang besar, harga ekonomis, serta kemudahan gugus organik dalam menjangkau ke permukaan untuk

menyediakan pusat katalis (Gupta dkk, 2008). Material karbon sendiri secara luas digunakan sebagai adsorben universal dalam industri karena mempunyai luas permukaan yang besar. Penggabungan karakter fungsionalitas karbon dengan mesostruktur dari bahan silica diharapkan akan meningkatkan luas permukaan dari silika.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Barqi (2016) menghasilkan mesoporus komposit karbon silika tersulfonasi sebagai katalis asam padat. Pembuatan komposit karbon silika dilakukan dengan memadukan *waterglass* sebagai sumber Si dengan metode sol-gel dan sukrosa serta *polyethylene glycol* (PEG) sebagai sumber karbon untuk menghasilkan material berpori dengan permukaan yang lebih luas, volume pori yang lebih besar, dan stabilitas terhadap suhu dan bahan kimia yang lebih baik. Pembuatan komposit karbon silika dilakukan dengan 2 cara.

Pada pembuatan silika-karbon menggunakan template PEG telah dipilih *waterglass* 28% sebagai sumber silica yang diencerkan dengan ratio *waterglass*: H₂O = 1 :2,5 yang telah dipanaskan pada suhu 60°C. Kemudian dicampur dengan PEG yang divariasi, yaitu 0,15; 0,2; dan 0,25 gram PEG. Larutan *waterglass*-PEG kemudian dicampur dengan 30 ml aquadest dengan diaduk kencang. Kemudian ditambahkan 45 ml HCl. Larutan ini kemudian ditetesi NaOH 1 N dengan rate konstan (2ml/min) menggunakan syringe pump hingga tercapai $\text{pH} \leq 4$ dan terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian di *aging* selama 1 jam pada suhu kamar dan dikeringkan selama 18 jam pada suhu 80°C dalam oven. Sebelum dikarbonisasi, gel dicuci dengan aquadest sebanyak 100ml/g silika-karbon kering yang dihasilkan kemudian dikeringkan kembali pada suhu 80°C selama 5 jam. Karbonisasi dilakukan pada suhu 550°C selama 5 jam. Diperoleh *surface area* 287,109 m²/gram, *pore volume* 0,192 cc/gram dan *pore diameter* 2,677 nm pada massa PEG 3 gram.

Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan komposit silika-karbon dengan metode sol-gel dengan memadukan natrium silika sebagai sumber Si dan *polyethylene*

glycol (PEG) sebagai sumber karbon untuk menghasilkan material berpori dengan permukaan yang lebih luas, volume pori yang lebih besar, dan stabilitas terhadap suhu dan bahan kimia yang lebih baik. Sehingga pada penelitian ini diharapkan dapat diperoleh komposit karbon silika yang mampu berperan efektif sebagai katalis asam padat.

I.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain :

- a. Bagaimana pengaruh konsentrasi PEG terhadap karakteristik komposit silika-karbon sebagai katalis asam?
- b. Bagaimana pengaruh waktu sulfonasi terhadap katalis asam yang dihasilkan?

I.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

- a. Mempelajari pengaruh konsentrasi PEG terhadap karakteristik komposit silika-karbon sebagai katalis asam.
- b. Mempelajari pengaruh waktu sulfonasi terhadap katalis asam yang dihasilkan.

I.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

- a. Memberikan kontribusi berupa data teknik untuk pembuatan komposit silika-karbon dari *waterglass* sebagai sumber silika yang dapat dikembangkan untuk penelitian yang lebih lanjut.
- b. Mengembangkan aplikasi komposit silika-karbon sebagai katalis asam.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Silika Gel

Silika merupakan senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya di alam tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain, baik secara fisik maupun kimia. Senyawa kimia “*silicon dioxide*” atau juga disebut sebagai “silika” mempunyai susunan kimia SiO_2 . Silika di alam dijumpai dengan bermacam-macam bentuk, diantaranya termasuk *quartz* dan *oval*.

Silika gel atau *precipitated silica* sudah banyak digunakan aplikasinya dalam dunia industri karena sifat dan morfologinya yang unik, yang meliputi antara lain : luas permukaan, volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli dan bahan radioaktif. Aplikasi misalnya: untuk pasta gigi, bir (pemrosesan bir), pelapisan kertas (*paper coating*), *antiblocking agent*, farmasi dan *desiccant*. Tetapi pada penggunaan tertentu misalnya untuk katalis, adsorben, maupun untuk penggunaan dalam *drug delivery system*, diperlukan silika dengan spesifikasi tertentu sehingga dipakai *template* dalam sintesis untuk memperoleh silika dengan struktur pori sesuai yang diinginkan.

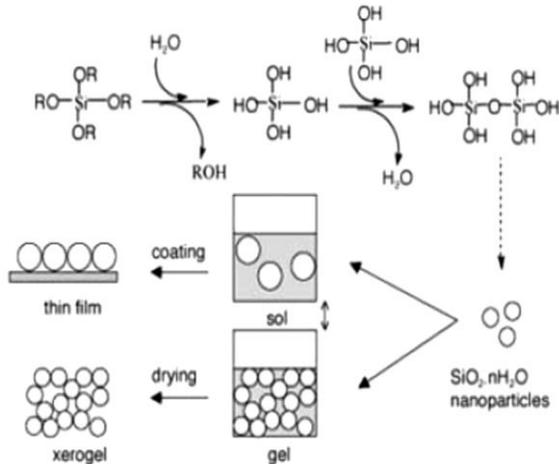
Struktur pori pada partikel silika ada dua jenis: *irregular ordered* dan *regular ordered*. Pembuatan partikel silika berpori dengan tipe *regular ordered* bisa dilakukan dengan cara penambahan *template*, disini *template* dipakai sebagai cetakan (pembantu dan pengarah) dalam pembentukan pori, dimana partikel koloidal primer akan mengisi celah-celah diantara susunan *template*, sehingga ketika *template* dikeluarkan dari kristal akan terbentuk partikel silika yang berongga dengan struktur yang teratur. Berdasarkan ukuran pori – pori yang utama, IUPAC mengklasifikasikan material berpori menjadi 3 kelas: (1) *microporous*, dengan ukuran pori < 2.0 nm, (2) *mesoporous*, dengan ukuran pori 2 - 50 nm, (3) *macroporous*, dengan ukuran pori > 50 nm. Untuk memperoleh *regular ordered pores* atau pori

dengan susunan teratur biasanya dipakai *template* berupa surfaktan dan polimer (Sulastrri dan Kristianingrum, 2010).

II.2 Metode Sol-Gel

Sol - gel merupakan proses yang menghasilkan komponen silika berupa padatan yang kompleks dengan biaya yang relatif murah tanpa menurunkan kualitas. Proses sol - gel merupakan proses larutan multi guna yang pada awalnya digunakan untuk pembuatan material inorganik seperti keramik dan bahan glass dengan kemurnian dan homogenitas yang tinggi. Pada umumnya, proses ini melibatkan transisi sistem dari liquida (sol) ke dalam fase solid (gel). Proses sol - gel biasanya dibagi dalam beberapa tahapan: pembuatan larutan, pembentukan gel, aging, pengeringan, dan densifikasi (Setyawan dan Balgis, 2011).

Meskipun proses sol – gel dapat diaplikasikan untuk berbagai fase inorganik, tetapi penggunaannya lebih diutamakan untuk pembentukan material berbasah dasar silika. Prinsip dasar kimia sol – gel kebanyakan diterapkan dalam pembentukan silika gel. Pengembangan teknik sol gel dalam ilmu material biasanya didasarkan pada *silicon alkoxides* $\text{Si}(\text{OR})_n$, dimana R adalah kelompok organik ($-\text{CH}_3$, $-\text{C}_2\text{H}_5$, ...), misalnya TMOS atau TEOS dengan gugus karbonil berupa metil dan etil. Adanya air menyebabkan terjadinya hidrolisa Si-OR, membentuk grup silanol (Si-OH) dan melepaskan molekul alkohol ROH. Kemudian terjadi kondensasi antara grup silanol membentuk ikatan Si-O-Si. Reaksi kondensasi diikuti proses polimerisasi inorganik yang menghasilkan pembentukan SiO_2 nanopartikel. Kemudian, terjadi kesetimbangan diantara pertumbuhan partikel menyebabkan terbentuknya sol, dan terjadi agregasi partikel membentuk gel. Proses ini sangat bergantung pada pH. Kondisi asam akan menghasilkan jaringan yang rapat, sedangkan kondisi basa menyebabkan partikel cenderung berupa gel berpori. Secara umum proses ini digambarkan seperti ditampilkan pada Gambar II.1.

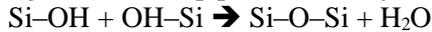


Gambar II.1. Proses sol – gel silika dan produk yang dihasilkan

Penggunaan silikon alkoksida memiliki dua keuntungan. Pertama, lebih mudah menyesuaikan struktur gel melalui pengontrolan reaktifitas *alkoksida* terhadap reaksi hidrolisis/kondensasi. Sehingga, pada kondisi asam menghasilkan mikropori (ukuran pori < 2 nm), sedangkan partikel mesopori (2 nm < ukuran pori < 50 nm) diperoleh pada keadaan basa. Kedua, *alkoksida* yang sudah dimodifikasi secara organik $R_n'-Si(OR)_{4-n}$, dimana jarak R' yang dapat digunakan dari rantai alkil sampai amino- atau gugus thiol. Ikatan kovalen Si- R' tidak peka terhadap hidrolisis, sehingga penanganan pada produk akhir dapat menyempurnakan fungsi samping sehingga terbentuk ikatan yang lebih panjang.

Proses sol – gel memberikan keuntungan yang sama untuk memproduksi silika berpori dengan kemurnian yang tinggi dan densitas antara 1.7 – 2.2 g/cc. Proses yang dilakukan pada kondisi ruang memungkinkan terjadinya penyelubungan pada sejumlah zat organik, *organometallic*, dan molekul biologi serta zat inorganik. Dalam proses sol-gel khusus, *precursor* mengalami sejumlah reaksi hidrolisis dan polimerasi untuk membentuk suspensi

koloidal atau sol, kemudian partikel terkondensasi dalam fase baru, gel, yang mana molekul makro solid terdispersi dalam *solvent*. Dalam proses sol - gel, *precursor* merupakan rangkaian reaksi *hydrolysis* dan polimerisasi untuk membentuk suspensi koloid, kemudian suspensi diubah ke dalam fase baru, yaitu gel. Untuk pembuatan sol - gel silika, tahap pembentukan jaringan gel:



Dengan pengeringan dan *heat-treatment* yang lebih jauh, gel dapat dikonversi ke dalam padatan silika. Jika liquid dalam gel dipindahkan dibawah kondisi superkritis, didapatkan material dengan pori tinggi dan densitas rendah yang disebut "aerogel". Pengeringan pada gel dengan peralatan *treatment* suhu rendah (25-100 °C) ini memungkinkan diperolehnya hasil berupa matrik solid berpori yang disebut "xerogel". Gel berpori yang dihasilkan dapat dimurnikan secara kimia dan dikonversi pada temperatur tinggi ke dalam silika dengan kemurnian tinggi.

Sensor teknologi mungkin merupakan bidang komersial yang paling berpotensi untuk material ini, karena adanya kombinasi antara kekuatan, warna yang relatif jernih, porositas yang tinggi, dan surface area yang cukup besar. Sol - gel juga merupakan cara yang efektif dan sering digunakan untuk mensintesa material *inorganik-organik hybrid* dengan ukuran nanometer. Hasilnya, material hibrida ini memiliki aplikasi yang lebih luas bahkan di luar jangkauan dari campuran material tradisional. Pengertian dasar dari sol - gel ditinjau secara terus menerus, sehingga proses sol - gel mengalami kemajuan yang pesat.

Untuk memperoleh partikel silika berpori dengan metode sol gel bukan hanya template saja yang penting, metode penghilangan templatepun sangat berperan. Dengan metode penghilangan yang tepat, dapat diperoleh pori yang diinginkan secara efektif.

Kalsinasi merupakan proses *combustion* atau *drying* dengan suhu tinggi yang mana pada proses ini bertujuan untuk menghilangkan template dengan cara menguapkannya. Akan tetapi

proses ini mempunyai kelemahan, diantaranya: membutuhkan suhu yang tinggi sehingga membutuhkan energi yang besar pula, menyebabkan terjadinya *sintering* atau penyusutan jaringan, densifikasi struktur pori dan hilangnya mesostruktur (Valle-vigón dkk, 2012).

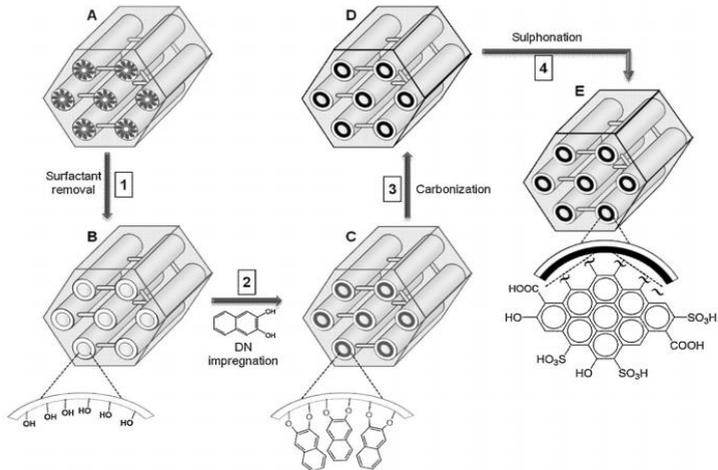
II.3 Silika-karbon

Pada silika-karbon, paduan antara silika yang bersifat polar-anorganik dan karbon yang merupakan organik-non-polar dapat menghasilkan kemampuan adsorpsi yang lebih efektif. Silika-karbon memiliki aplikasi yang luas, diantaranya sebagai pendukung katalis, adsorben, enkapsulasi, nanoreaksi, dan sebagai *template* pada reaksi.

Kemampuan adsorpsi suatu zat dipengaruhi oleh luas permukaan, baik itu permukaan luar ataupun permukaan dalam pada pori-pori suatu padatan, semakin besar luas permukaan suatu padatan semakin besar kemampuan adsorpsinya. Semakin kecil ukuran suatu padatan, dengan jumlah berat yang sama dibandingkan dengan padatan yang sama yang memiliki ukuran yang lebih besar, lebih luas permukaan padatan yang memiliki ukuran yang lebih kecil. Semakin banyak jumlah pori-pori suatu padatan semakin luas permukaannya. Zat adsorpsi yang baik adalah zat yang memiliki luas permukaan yang besar, yaitu yang memiliki banyak pori-pori dan ukuran partikelnya kecil.

II.4 Komposit Silika-karbon Tersulfonasi

Komposit silika-karbon tersulfonasi hadir sebagai katalis asam padat yang cukup menjanjikan. Hal ini disebabkan karena sifatnya yang unik, yang memungkinkan untuk menggabungkan sifat struktur mesoporus dari silika, seperti luas permukaan yang besar dan porositas yang seragam, dengan material karbon yang fungsional. Bahkan telah banyak penelitian yang membuktikan bahwa komposit silika-karbon stabil terhadap perubahan hidrotermal dan mekanik. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mendeposit karbon ke dalam pori silika.



Gambar II.2. Ilustrasi pembentukan komposit silika-karbon tersulfonasi (Valle-vigón dkk, 2012)

Dalam pembuatan katalis asam-padat, sifat-sifat penting seperti luas permukaan dan struktur pori harus diperhatikan agar dapat diperoleh katalis yang efektif. Sulfonasi silika yang telah terdeposit oleh karbon merupakan cara paling efektif untuk membuat katalis asam-padat dengan struktur yang baik.

II.5 Adsorpsi dan Karakterisasi Partikel Berpori

Proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat kimia dan fisika. Mekanisme adsorpsi terdiri dari tiga tahapan. Tahap pertama terjadi difusi molekul kontaminan ke permukaan adsorben, tahap kedua molekul kontaminan bermigrasi ke pori dari adsorben dan tahap ketiga pembentukan monolayer dari adsorbat. Proses adsorpsi tergantung pada sifat zat padat yang mengadsorpsi, sifat atom/molekul yang diserap, konsentrasi, temperatur dan lain-lain.

Kesetimbangan adsorpsi terjadi bila larutan dikontakkan dengan adsorben padat dan molekul dari adsorbat berpindah dari larutan ke padatan sampai konsentrasi adsorbat dilarutan dan

padatan dalam keadaan setimbang. Fase kesetimbangan antara cairan dan fase yang diserap oleh satu atau lebih komponen dalam proses adsorpsi merupakan faktor yang menentukan didalam kinerja proses adsorpsi tersebut. Data kesetimbangan pada suatu temperatur, biasanya ditampilkan dengan adsorption isotherm, yang menunjukkan hubungan antara besarnya yang teradsorpsi per satuan massa solid dan konsentrasi adsorbat di larutan. Untuk mengukur *adsorption isotherm*, dapat diketahui dengan besarnya padatan adsorben dan larutan dikontakkan pada temperatur yang konstan sehingga larutan tidak berubah komposisinya terhadap waktu. *Adsorption isotherm* dapat dihitung dengan mengukur konsentrasi adsorbat dalam larutan pada saat awal dan pada keadaan equilibrium.

A. Surface Area

Molekul gas yang melekat pada permukaan solid (adsorben) diserap dan cenderung membentuk lapisan tipis yang menutupi seluruh permukaan adsorben. Berdasarkan teori Brunauer, Emmett dan Teller (BET) yang populer, jumlah molekul yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan adsorben dengan monolayer molekul teradsorpsi (N_m) dapat diperkirakan. *Surface area* dapat dihasilkan dari perkalian jumlah N_m dengan *cross sectional area* molekul adsorbat.

Metode BET menghitung *surface area* spesifik dari adsorpsi isotherm menggunakan nitrogen sebagai adsorbat pada 77 K. Hampir semua material dapat dianalisa dengan kondisi ini kecuali beberapa mikropori dan *surface area* yang sangat rendah. Meskipun banyak alternatif persamaan untuk mendeskripsikan isotherm, persamaan BET telah dipertahankan penggunaannya selama bertahun-tahun. Persamaannya sebagai berikut:

$$\frac{1}{v_a((p_0/p) - 1)} = \frac{1}{v_m c} + \frac{(c-1)p}{v_m c p_0}$$

Dimana v_a adalah mol gas yang teradsorpsi per gram adsorben saat tekanan gas adalah p , v_m adalah kapasitas monolayer pada permukaan yaitu sejumlah mol gas per gram adsorben yang

dibutuhkan untuk membentuk lapisan monomolekular, p_o merupakan tekanan gas jenuh pada temperatur yang digunakan dan c adalah konstanta. Konstanta c merupakan fungsi panas adsorpsi dan tergantung keadaan kimiawi permukaan. Plot antara $p/v(p-p_o)$ sebagai ordinat dan p/p_o sebagai absis menghasilkan slope $(c-1)/v_m c$ dan intercept $1/v_m c$.

Dari v_m yang didapatkan, *surface area* dapat ditentukan dengan persamaan:

$$S_{BET} = v_m a_m N$$

dengan S_{BET} adalah spesifik *surface area* dalam m^2/g , a_m *cross sectional area* molekular satu molekul gas dalam angstrom kuadrat (\AA^2) dan N adalah 6×10^{23} . Nilai a_m untuk nitrogen biasanya untuk permukaan oksida diasumsikan $16,2 \text{\AA}$.

B. Volume Pori dan Diameter Pori

Volume pori didapat dari jumlah gas yang diserap pada tekanan relatif, dengan mengasumsi bahwa pori terisi dengan adsorbate. Jika sampel tidak *macropore*, maka pada kurva isotermis menunjukkan garis horizontal melebihi tekanan relatif. Jika sampel *macropore*, maka pada kurva isotermis menunjukkan tekanan relatif = 1 dan pada batas maksimal *macropore* menunjukkan kenaikan vertikal. Volume nitrogen yang teradsorp (V_{ads}) dapat dikonversi menjadi volume nitrogen cair (V_{liq}) yang terkandung dalam pori menurut persamaan :

$$V_{liq} = \frac{P_a \cdot V_{ads} \cdot V_m}{R \cdot T}$$

Dimana P_a dan T merupakan tekanan ambient dan temperatur dan V_m merupakan volume molar dari nitrogen cair ($34,7 \text{ cm}^3/\text{mol}$). Sedangkan jari-jari rata-rata pori dapat dihitung dengan persamaan :

$$\frac{V_{liq}}{S_{BET}} = \frac{\bar{r}_p}{2}$$

Dimana V_{liq} merupakan volume nitrogen cair dan S_{BET} merupakan luas permukaan BET. Untuk bentuk pori lainnya membutuhkan bentuk dari hysteresis pada kurva adsorpsi-desorpsi isothermis.

C. Distribusi Ukuran Pori

Pada distribusi ukuran pori dengan dasar termodinamika diukur menggunakan desorpsi isotherm. Untuk nitrogen sebagai adsorbat pada titik didih normalnya 77 K dan dengan menggunakan properti fisik yang diberikan sebelumnya, maka persamaan Kelvin dapat ditulis:

$$r_k = \frac{4,15}{\log P / P_0} (\text{\AA})$$

r_k menunjukkan radius pada saat kondensasi terjadi pada tekanan relatif yang dibutuhkan. Radius ini disebut radius Kelvin atau radius kritis yang bukan merupakan radius sebenarnya karena beberapa peristiwa adsorpsi juga telah terjadi pada dinding pori sebelum terjadi kondensasi.

Jika tebal film adsorbat ketika kondensasi atau evaporasi terjadi adalah t dengan jari-jari aktual (r_p) yang ditunjukkan oleh rumus sebagai berikut:

$$r_p = r_k + t$$

Untuk mencari tebal film menggunakan rumus:

$$t = 3,54 \times \left(\frac{5}{2,303 \log P_0 / P} \right)^{1/3}$$

Prosedur yang digunakan untuk menghitung distribusi pori adalah metode integrasi numerik Barret, Joyner, dan Halenda (BJH) yang mengambil kelebihan teori Wheeler bahwa kondensasi terjadi dalam pori ketika tekanan relatif mencapai radius Kelvin r_k . Model ini juga mengasumsikan tebal film teradsorpsi multilayer ada pada dinding pori ketika kondensasi atau evaporasi terjadi yang mana tebalnya sama dengan film teradsorpsi pada permukaan nonporous.

Perhitungan dilakukan dari tekanan relatif besar ke kecil. Langkah-langkah selanjutnya untuk menghitung distribusi pori setelah menghitung jari-jari pori dan tebal film teradsorp adalah:

- Mencari ΔV_{gas} yang merupakan perubahan volume teradsorp pada tekanan relatif yang berurutan dengan persamaan:

$$\Delta V_{gas} = V_{gas(n+1)} - V_{gas(n)} \text{ (cm}^3\text{/g)}$$

- Mencari ΔV_{liq} , volume liquid yang sesuai dengan ΔV_{gas} dan dapat dihitung dengan:

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} \times \left(1,54 \times 10^{-3} \right)$$

- Mencari *surface area* dinding pori (S) dari volume pori

Perhitungan dilakukan dengan mengasumsikan besarnya $\Delta t \Sigma S$ untuk tekanan mendekati 1 atau tekanan relatif terbesar sama dengan 0 dengan asumsi pada tekanan relatif tersebut desorpsi belum terjadi sehingga volume pori dapat diketahui dengan menggunakan rumus :

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 \times (\Delta V_{liq} - (\Delta t \Sigma S) \times 10^{-4})$$

Setelah volume pori diketahui maka dilakukan perhitungan S menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \text{ (m}^2\text{)}$$

Selanjutnya S yang didapat digunakan untuk menghitung ΣS dan ΣS yang didapat digunakan untuk menghitung $\Delta t \Sigma S$ dan seterusnya sampai tekanan relatif mendekati 0,3 dengan asumsi bahwa data yang diambil sudah merupakan data dimana adsorpsi monolayer sempurna atau adsorpsi multilayer terjadi. Distribusi

ukuran pori didapatkan dengan cara memplotkan $\frac{V_p}{\Delta r_p}$ terhadap \bar{r}_p (r_p rata-rata).

II.6 Penelitian Terdahulu

No	Peneliti	Penelitian
1	(Liu dkk, 2009)	Meneliti tentang komposit silika-karbon dari sukrosa dilarutkan dalam MCM-48 dan disulfonasi. Didapatkan komposit dengan luas permukaan lebih dari 600 m ² /g dan ukuran pori 1,5-2,2 nm. Aktivitas katalitik komposit dipelajari melalui esterifikasi asam asetat dan n-butyl alcohol. Ukuran pori dan aktivitas katalitik diatur dengan mengubah jumlah sukrosa dan komposit menghasilkan stabilitas hidrotermal dan sifat amphifilik. Saat kandungan sukrosa mendekati kapasitas disperse monolayer sukrosa pada MCM-48, komposit sulfonasi menghasilkan luas area 700-724 m ² /g dan n-butyl asetat yield sebesar 90,4-98,7%.
2	(Setyawan dan Balgis, 2011)	Meneliti mengenai sintesis silika-karbon hybrid menggunakan waterglass sebagai bahan dasar (kandungan SiO ₂ sebesar 26,84 %). Penelitian ini menggunakan metode sol – gel dengan template gelatin dan PEG untuk mensintesa partikel.. Hasil yang diperoleh melalui cara pertama berupa silika berpori dimana di bagian dalam partikelnya berwarna coklat sedangkan di permukaannya bening. Hal ini mengindikasikan masih ada gelatin

<p>yang tertinggal di dalam pori sehingga mengurangi kemampuan adsorpsi partikel. Sedangkan untuk cara kedua diperoleh silika berpori berwarna hitam. Hal ini mengindikasikan bahwa seluruh gelatin telah terkarbonisasi. Dari hasil penelitian terdahulu diketahui bahwa keberadaan karbon dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi dari silika tersebut.</p>	
<p>3 (Valle-vigón dkk, 2012)</p>	<p>Penelitian untuk menghasilkan mesoporus komposit karbon silika tersulfonasi sebagai katalis asam padat. Pembuatan komposit karbon silika dilakukan dalam 2 tahap yaitu pembuatan silika gel yang kemudian akan dikompositkan dengan karbon. Pembuatan silika gel dilakukan dengan melarutkan 4 gram Brij 76 (surfaktan) ke dalam 20 gram air dan 80 gram HCl 2 M. Lalu ditambahkan 8,8 gram TEOS dan dihomogenkan selama 20 jam pada suhu kamar. Untuk menghilangkan surfaktan yang terkandung di dalam silika dilakukan melalui solvent extract dengan menggunakan campuran HCl 37% dan etanol. Silika yang telah terbebas dari surfaktan, etanol, dan air kemudian dimasukkan dalam campuran 2,3 dihydroxynaphthalene (DN) dengan ethanol. DN digunakan sebagai carbon precursor. Kemudian dilakukan tahap penghilangan etanol dengan evaporasi. Campuran padatan yang dihasilkan dipanaskan pada 300⁰C dengan aliran N₂ selama 1 jam. Penghilangan DN</p>

	dilakukan melalui pencucian dengan aceton dan dipanaskan pada kondisi vacuum 450-550 ⁰ C selama 2 jam. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan hasil bahwa terdapat peningkatan selektivitas menjadi > 95% dan yield produk (40-60% DEM , 100% DIES , 70-80% OE).
4 (Kusnanto dan Supriyono, 2013)	Melakukan sintesis silika karbon dari <i>geothermal sludge</i> dan mengevaluasi karakteristik silika karbon yaitu luas permukaan, volume pori, dan diameter pori. Dalam penelitian digunakan <i>geothermal sludge</i> sebagai sumber silika dan asam tartrat sebagai sumber karbon. Hasil karakterisasi dalam penelitian ini menunjukkan bahwa <i>surface area</i> , diameter pori paling besar (A=263,533 m ² /gram, D=6,314 nm) dan distribusi pori paling merata pada penambahan asam tartrat dengan konsentrasi 0,1 M. Sedangkan volume pori cenderung tidak dipengaruhi oleh penambahan asam tartrat (cenderung konstan).
5 (Wahyuni dan Setyawan, 2013)	Mensintesis silika tersulfonasi dari waterglass dengan template PEG sebagai katalis asam padat. Pebandingan antara waterglass dengan H ₂ O yang digunakan adalah 1 : 3 dengan proses aging 2 tahap yaitu aging 1 jam pada suhu kamar kemudian dilanjutkan aging 2 jam pada suhu 80 ⁰ C. Tahap sulfonasi dilakukan dengan merendam produk silika di dalam larutan toluena sulfonic acid 0,5 M dan dipanaskan pada titik didihnya selama 18

jam untuk menghasilkan silika grafting sulfonat. Penelitian ini menunjukkan metode mana antara solvothermal dan kalsinasi yang lebih baik dalam penghilangan template PEG serta pengaruh konsentrasi PEG terhadap kapasitas ion dari silika tersulfonasi. Dari penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil bahwa metode kalsinasi lebih baik dibandingkan solvothermal dalam penghilangan template PEG namun nilai kapasitas ion terbesar adalah pada konsentrasi PEG 0,0044 g/ml dengan metode solvothermal yaitu 12,603 mmol/g sehingga layak digunakan sebagai pengganti katalis (kapasitas ion resin 12,864 mmol/g).

- 6 (Ambarwati dan Dewi, 2015) Mensintesis komposit silika-karbon dari *water glass* dengan metode sol-gel. Sebagai sumber silika digunakan *water glass* dan sebagai sumber karbon digunakan sukrosa dan PEG. Sementara perbandingan natrium silikat dengan air yang digunakan sebesar 1:10. Dalam penelitian ini menunjukkan bahwa waktu aging berpengaruh terhadap karakteristik silika gel. Semakin lama aging, maka luas permukaan, diameter pori serta volume pori yang dihasilkan semakin meningkat. Aging maksimal pada waktu 2 jam. Untuk komposit silika-karbon yang mana sumber karbonnya berasal dari sukrosa didapatkan *surface area* yang semakin meningkat seiring meningkatnya konsentrasi sukrosa tetapi volume dan
-

diameter pori tidak meningkat. Sedangkan untuk komposit silika-karbon yang sumber karbonnya berasal dari PEG belum didapatkan hasil yang optimal. Hal ini mengindikasikan kurang lamanya waktu proses impregnasi dan kalsinasi serta kurang tingginya suhu kalsinasi sehingga dekomposisi sukrosa maupun PEG kurang maksimal.

- 7 (Hakim dan Palupi, 2015) Mensintesis komposit karbon silika dengan metode sol-gel. Waterglass digunakan sebagai sumber silika dan sukrosa serta PEG sebagai sumber karbon. Perbandingan volume waterglass : H₂O untuk sukrosa sebagai carbon precursor adalah 1 : 10 dengan masa aging gel adalah 2 jam sedangkan untuk PEG sebagai *carbon precursor* adalah 1 : 2,5 dengan masa aging gel adalah 1 jam. Penelitian ini menunjukkan bahwa konsentrasi sukrosa dan PEG mempengaruhi besar surface area, diameter pori, dan volume pori dari komposit karbon silika yang dihasilkan. Dari hasil penelitian yang dilakukan didapatkan 3 variabel sukrosa dan PEG yang menghasilkan surface area yang terbesar adalah sukrosa 1% ; 2,5% ; dan 30% serta PEG 0,15 gram ; 0,2 gram ; dan 0,25 gram.
-

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Lingkup Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sintesis komposit silika-karbon yang diterapkan sebagai katalis asam. Silika dibuat dari *waterglass* dengan proses sol-gel. Hal ini dilakukan dengan penambahan asam hingga terbentuk sol dan dilanjutkan dengan aging untuk membentuk gel. Setelah dikeringkan, silika gel diimpregnasi dengan PEG sebagai sumber karbon dan dikalsinasi. Kemudian komposit silika-karbon disulfonasi untuk menghasilkan katalis asam berbasis komposit silika-karbon.

III.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian pembuatan komposit silika-karbon dengan metode sol-gel sebagai katalis asam antara lain:

III.2.1 Bahan Pembuatan Komposit Silika-karbon dengan *Template* PEG

1. *Waterglass*, Na₂O. 3,3 (NaSiO₃)
2. Asam Klorida (HCl)
3. PEG (Polyethylene glycol, C_{2n}H_{4n+2}O_{n+1}) 1000
4. Natrium Hidroksida (NaOH)
5. Aquadest

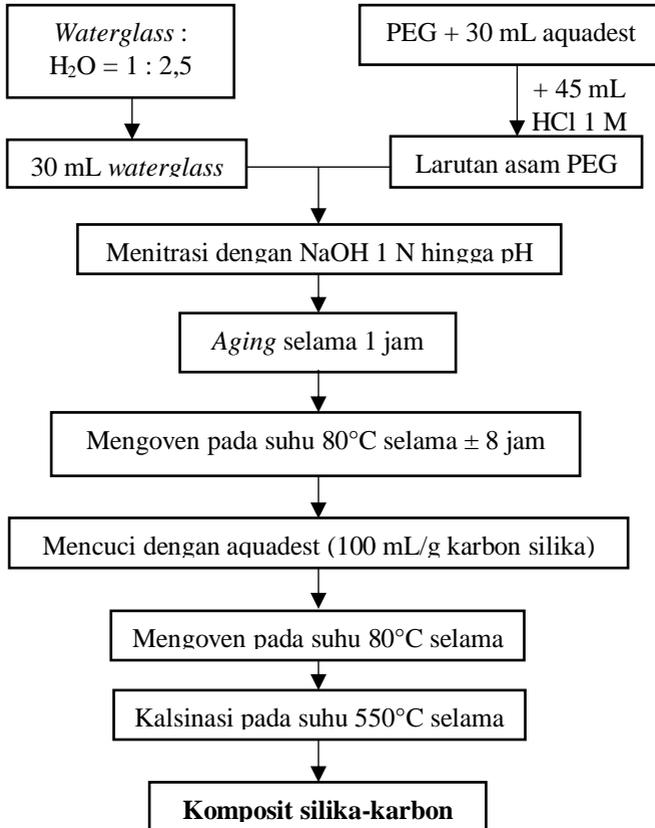
III.2.2 Variabel Penelitian

1. Variabel yang digunakan dalam sintesa silika-karbon ber-*template* PEG adalah 1 gram, 2 gram dan 3 gram massa PEG dalam 30 ml air demin
2. Variabel yang digunakan dalam sulfonasi komposit silika-karbon adalah 5 jam dan 10 jam proses sulfonasi.

III.3 Metode Penelitian

III.3.2 Sintesa Silika-karbon dengan *Template* PEG

Diagram percobaan untuk mensintesis silika-karbon dengan PEG ditunjukkan pada gambar III.1.



Gambar III.1 Blok Diagram Metode Sintesa Silika-karbon dengan PEG

Waterglass 28% diencerkan dengan ratio *waterglass* : H₂O = 1 : 2,5 yang sebelumnya aquadest telah dipanaskan hingga mencapai suhu 60°C. 30 ml *waterglass* tersebut kemudian dicampur dengan

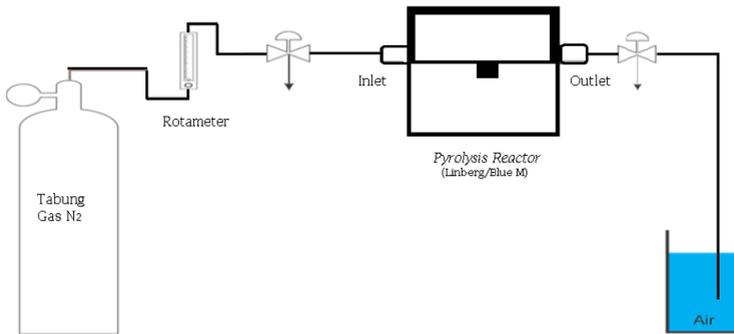
PEG yang dilarutkan dalam 30 ml aquadest serta diaduk dengan kencang. Kemudian ditambahkan 45 ml HCl 1 M. Larutan yang berwarna putih keruh ini kemudian ditetesi NaOH 1 N dengan *rate* konstan (2 mL/min) menggunakan *syringe pump* hingga tercapai $\text{pH} \leq 4$ dan terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian di *aging* selama 1 jam pada suhu kamar dan dikeringkan selama 18 jam pada suhu 80°C dalam oven. Sebelum dikarbonisasi, gel dicuci dengan aquadest sebanyak 100 ml/g silika-karbon kering yang dihasilkan kemudian dikeringkan kembali pada suhu 80°C selama 5 jam. Karbonisasi dilakukan pada suhu 550°C selama 5 jam.

III.3.3 Karbonisasi Silika Gel

Prosedur karbonisasi dilakukan didalam *tubular furnace* menggunakan *pyrolysis reactor (Thermo Scientific Lindberg/Blue M Tube Furnace)* yang terdiri dari silinder berdiameter dalam 2,54 cm dengan panjang reaktor $\pm 30,5$ cm yang diselubungi oleh batu tahan api. Skema rangkaian alat dapat dilihat pada gambar III.3.

Pada bagian *inlet* terhubung dengan tabung gas nitrogen (N_2) beserta rotameter untuk mengatur laju gas yang keluar dari tabung, sedangkan pada bagian *outlet* terhubung dengan bejana berisi air yang berfungsi sebagai media absorpsi gas keluar dari *tube furnace* dan terdapat *discharge valve* yang berfungsi untuk mengatur laju aliran gas keluar. Sampel yang akan dikalsinasi diletakkan pada *combustion boat*. *Combustion boat* tersebut diletakkan pada bagian tengah *tubular furnace*.

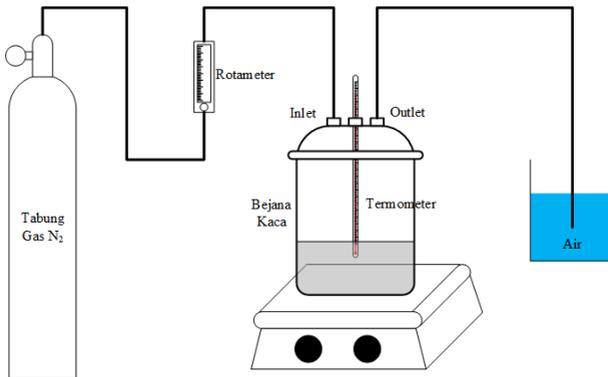
Sebelum proses kalsinasi, dilakukan proses *purging* dengan mengalirkan gas N_2 pada laju 150 ml/menit selama 15 menit. Proses *purging* ini bertujuan untuk menghilangkan gas O_2 yang ada. Proses kalsinasi baik untuk komposit dengan sukrosa maupun PEG dilakukan pada suhu 550°C dengan laju alir gas N_2 50 ml/menit selama 5 jam hingga berubah menjadi komposit silika-karbon yang berwarna coklat kehitaman. Setelah proses kalsinasi, komposit silika-karbon didinginkan hingga mencapai suhu ruangan kemudian dilakukan uji karakterisasi dan dilanjutkan dengan proses sulfonasi.



Gambar III.2. Skema Rangkaian Alat *Pyrolysis Reactor* (Linberg/Blue M Tube Furnace)

III.3.4 Sulfonasi Komposit Silika-karbon

Sulfonasi dilakukan dengan memasukkan komposit silika-karbon yang telah dikalsinasi ke dalam larutan asam sulfat pekat (98%) dengan komposisi 25 ml H_2SO_4 / gram komposit silika-karbon. Kemudian dialirkan gas N_2 selama 45 menit dengan rate 200 ml/menit untuk menghilangkan gas O_2 .



Gambar III.3. Skema Rangkaian Alat untuk Proses Sulfonasi

Selanjutnya dipanaskan pada suhu $150^{\circ}C$ tanpa ada aliran N_2 untuk melekatkan gugus $-SO_3H$ sehingga akan terbentuk katalis asam

berbasis komposit silika-karbon. Kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang. Komposit silika-karbon tersulfonasi tersebut kemudian dicuci dengan aquadest hingga air cucian tersebut terbebas dari larutan asam sulfat dan selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C selama 18 jam.

III.4 Karakterisasi Produk

III.4.1 Karakterisasi dengan Adsorpsi Nitrogen (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*)

Porositas material silika maupun komposit silika-karbon meliputi luas area spesifik (*surface area*), volume pori, dan diameter pori dapat dianalisa dengan isothermis adsorpsi-desorpsi nitrogen pada titik didih nitrogen (77 K) dengan menggunakan alat BET (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*). Sebelum pengukuran, sampel di-*degasse* dalam nitrogen mengalir pada 300°C selama 3 jam untuk silika gel dan 200°C selama 3.5 jam untuk komposit silika-karbon. Distribusi ukuran pori material dihitung ketika desorpsi menggunakan metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Metode BJH merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk menghitung distribusi ukuran pori pada rentang mesopori.



Gambar III.4 Alat Uji Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen dengan Metode BET (*Quantachrome NOVA 1200e Surface Area and Pore Size Analyzer*)

Luas area spesifik dihitung dengan menggunakan metode multi-point Brauner-Emmett-Teller (BET) pada $P/P_0 < 0.3$ dan total volume pori dihitung dengan kesatuan pendekatan P/P_0 .

III.4.2 Karakterisasi morfologi dan komposisi produk dengan SEM & EDX (SEM Phenom & PANalytical type minipal 4)

Untuk pengujian morfologi komposit silika-karbon yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan komposisi unsur komposit dengan menggunakan EDX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*).

Alat ini bekerja dengan memfokuskan sinar elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan difraksi sinar pada permukaan sampel. Difraksi ini menghasilkan sinyal yang berasal dari interaksi elektron dengan sampel sehingga dapat terlihat morfologi eksternalnya (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal serta orientasi bahan penyusunnya. Sebelum dianalisa, pertama, sampel diletakkan pada pin SEM yang telah ditemplei tape. Tape yang digunakan dapat berupa *copper tape* ataupun *carbón tape*. *Carbón tape* digunakan untuk analisa SEM dan *copper tape* digunakan untuk analisa EDX. Dilakukan *coating* dengan PdAu (Paladium Emas) untuk analisa EDX dan *Carbon* untuk analisa SEM.

III.4.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Fourier Transform Infra-Red (FTIR, Thermo Scientific Nicolet is10)

Spektrofotometri FTIR (*Transformasi Fourier Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam komposit silika gel yang dihasilkan. Pada dasarnya spektrofotometer FTIR sama dengan spektrofotometer IR disperse, bedanya adalah pengembangan pada system optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati sample. Hal ini didasarkan pada atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi. Bila radiasi infra merah yang kisaran energinya sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkakan (*bending*) dari ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul

dilewatkan dalam suatu cuplikan, maka molekul-molekul akan menyerap energi tersebut dan terjadi transisi diantara tingkat energi vibrasi dasar dan tingkat vibrasi tereksitasi. Namun tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi infra merah meskipun mempunyai frekuensi radiasi sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol dapat menyerap radiasi infra merah.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh dari konsentrasi PEG sebagai sumber karbon, dan waktu sulfonasi terhadap katalis asam berbasis komposit silika-karbon yang dihasilkan. Metode pembuatan komposit yang dihasilkan menggunakan metode sol-gel. Kemudian dilakukan karbonisasi dengan cara kalsinasi untuk menguraikan sumber karbon menjadi karbon sehingga terbentuk komposit. Setelah terbentuk komposit silika-karbon, kemudian dilakukan sulfonasi menggunakan asam sulfat pekat sesuai dengan variabel waktu yang ditentukan. Kemudian dilakukan beberapa uji karakterisasi. Untuk mengetahui porositas material yang meliputi luas permukaan, volume pori, dan diameter pori menggunakan adsorpsi/desorpsi nitrogen (dilakukan sebelum sulfonasi). Untuk mengetahui morfologi produk menggunakan SEM (dilakukan sebelum dan setelah sulfonasi). Untuk mengetahui komposisi unsur dalam produk menggunakan EDX. Dan yang terakhir adalah uji karakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi (dilakukan setelah sulfonasi). Sedangkan untuk mengetahui karakteristik katalis yang dihasilkan, dilakukan uji kapasitas ion dan uji reaksi.

IV.1. Karakteristik Komposit Silika-Karbon dengan *Template* PEG

PEG (*Poly Ethylene Glycol*) merupakan polimer organik yang diketahui mempunyai kemampuan untuk menurunkan konstanta dielektrik pelarut sehingga PEG cenderung mengakibatkan agregasi partikel dan membentuk struktur platelet teragregasi. Variabel yang digunakan PEG dengan massa 1 g; 2 g; dan 3 g. Bentuk fisik dari komposit silika-karbon yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar IV.1 berikut.



(a)



(b)



(c)

Gambar IV.1 Bentuk Fisik Komposit Silika-karbon dengan Variabel Massa PEG: (a) 1 gram; (b) 2 gram; dan (c) 3 gram

Dapat diamati dari bentuk fisik tersebut bahwa warna komposit dipengaruhi oleh massa PEG. Semakin besar massa PEG yang digunakan, maka warna komposit yang dihasilkan akan cenderung lebih gelap. Hal ini disebabkan karena semakin besar massa PEG, maka semakin banyak pula PEG yang terurai menjadi karbon. Hal ini menunjukkan adanya lebih banyak karbon yang menempel pada pori-pori silika.

IV.2. Adsorpsi/Desorpsi Komposit Karbon Silika dengan *Template* PEG

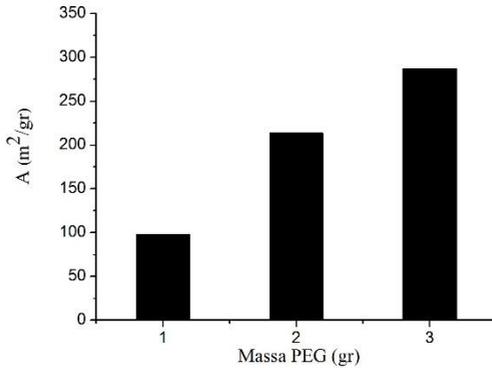
Komposit silika-karbon dengan *template* PEG dikarakterisasi dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen. Mikrostruktur komposit dianalisa dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen.

Tabel IV.1 Karakteristik Pori Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG

Massa PEG (gram)	Karakteristik		
	Surface Area (m ² /gram)	Total Pore Volume (cc/gram)	Pore Diameter (nm)
1	98,014	0,162	6,607
2	213,729	0,178	3,335
3	287,109	0,192	2,677

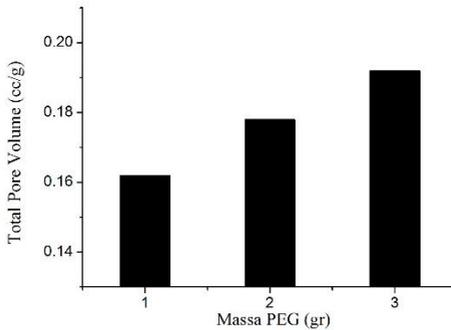
Gambar IV.2 memperlihatkan pengaruh massa PEG terhadap *surface area* yang dihasilkan. Kurva tersebut menunjukkan bahwa adanya peningkatan *surface area*, seiring penambahan massa PEG. Dimana pada variabel massa PEG 3 gram menghasilkan *surface area* yang terbesar, yaitu 287,109 m²/gram.

Pada penambahan natrium silika kedalam larutan PEG asam akan menyebabkan terbentuknya partikel kecil dengan silika yang membungkus PEG didalamnya. PEG yang merupakan polimer organik mampu menurunkan konstanta dielektrik pelarut yang menyebabkan terbentuknya flok-flok gabungan partikel Silika-PEG menjadi lebih kompak. Dengan demikian PEG terjebak di antara jaringan silika dan memainkan perannya sebagai *template*. Seperti yang diketahui, selain sebagai *template*, PEG juga berfungsi untuk menyelubungi partikel silika yang dihasilkan agar tidak terjadi aglomerasi antar partikel silika.



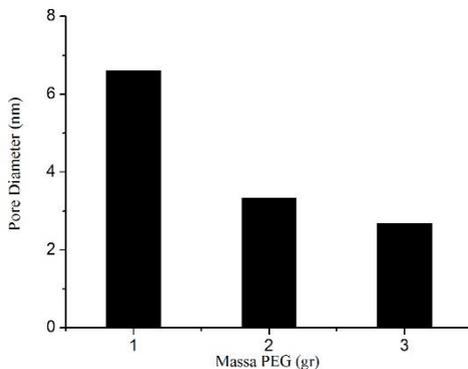
Gambar IV.2 Grafik *Surface Area* Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG

Pengaruh massa PEG terhadap volume dan diameter pori komposit silika-karbon pada berbagai variasi massa PEG dapat dilihat pada gambar IV.3. Dapat diamati bahwa adanya peningkatan total volume pori, seiring penambahan massa PEG. Dimana pada variabel massa PEG 3 gram menghasilkan total volume pori terbesar, yaitu 0,192 cc/gram .



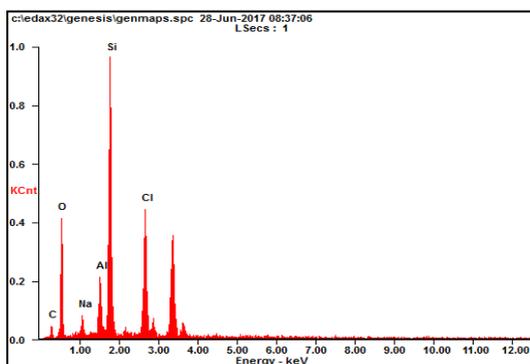
Gambar IV.3 Grafik Total Volume Pori Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG

Gambar IV.4 menunjukkan diameter pori komposit silika-karbon pada berbagai variasi massa PEG. Dapat diamati bahwa pada variabel massa PEG 3 gram memiliki diameter pori paling kecil yaitu 2,677 nm. Dari Analisa BET telah ditunjukkan bahwa komposit silika-karbon ber-struktur mesopori dimana struktur mesopori memiliki *range* 2-50 nm.

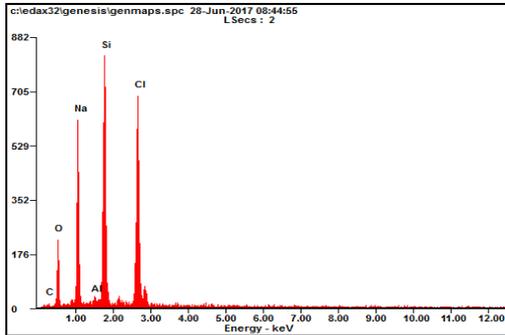


Gambar IV.4 Grafik Diameter Pori Komposit Silika-karbon pada Berbagai Variasi Massa PEG

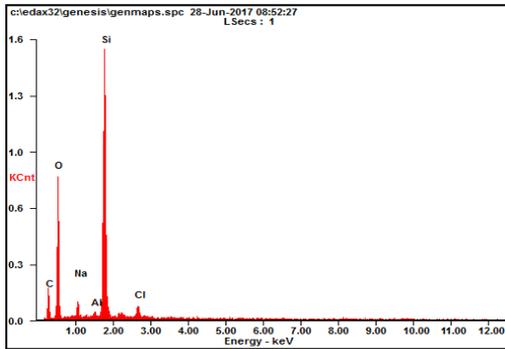
IV.3. Komposisi Unsur Komposit Karbon Silika dengan *Template* PEG



(a)



(b)



(c)

Gambar IV.5 Hasil Uji EDX Komposit Silika-karbon dengan Variabel Massa PEG: (a) 1 gram; (b) 2 gram; dan (c) 3 gram

Komposit silika-karbon yang dihasilkan juga dikarakterisasi menggunakan EDX untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung di dalamnya. Selain itu uji EDX juga berfungsi untuk mengetahui apakah PEG sebagai *template* telah terdekomposisi secara sempurna. Spektra EDX untuk analisa komposit silika-karbon dapat dilihat pada gambar IV.5. Berdasarkan hasil EDX, komposit silika-karbon mengandung unsur Si dan O dengan persentase yang paling dominan.

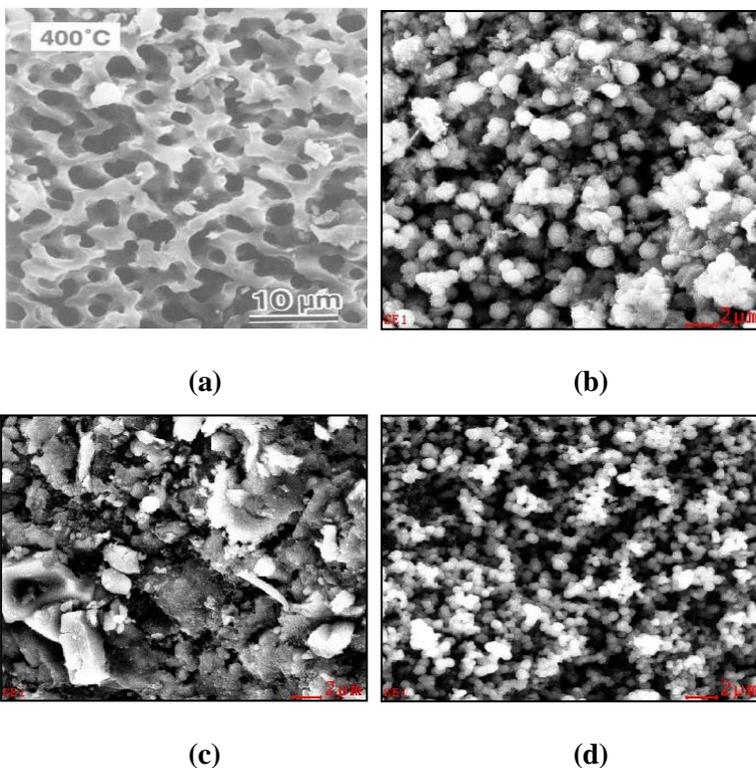
Tabel IV.2 Komposisi Unsur Komposit Silika-karbon dengan Variabel Massa PEG

Elemen	PEG 1 gram		PEG 2 gram		PEG 3 gram	
	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%
Si	27,32	20,37	20,32	17,69	33,69	21,72
O	35,50	46,87	19,32	29,53	44,16	49,97
C	8,00	13,95	1,42	2,89	16,24	24,47

Hasil analisa EDX selengkapnya dapat dilihat pada tabel IV.3. Dapat diamati bahwa persentase massa Si dan O dalam komposit tidaklah berbeda jauh. Namun untuk persentase atom, unsur O dua kali lebih besar dari pada Si. Hal tersebut menunjukkan bahwa Si dan O pada komposit membentuk ikatan SiO_2 . Pada komposit ini terdapat unsur C (karbon) yang merupakan hasil dekomposisi dari PEG Saat dilakukan kalsinasi, PEG terdekomposisi menjadi karbon dan membentuk lapisan karbon tipis pada pori-pori silika. Lapisan karbon yang tipis tersebut terdeteksi oleh sinar X-Ray saat dilakukan uji EDX.

IV.4. Morfologi Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon

Gambar IV.6 menunjukkan hasil analisa SEM dari silika gel dan komposit silika-karbon bertemplate PEG yang telah dikalsinasi. Silika gel (Gambar IV.6a) terlihat memiliki pori yang ter koneksi satu sama lain (*interconnected*). Partikel dari silika saling mengikat satu sama lain membentuk sebuah rangkaian. Sedangkan pada analisa SEM komposit silika-karbon menunjukkan partikel silika yang berbentuk bulat dengan tekstur yang halus (Setyawan dkk, 2015). Hal ini menunjukkan bahwa silika telah melapisi (*coating*) PEG dengan baik.



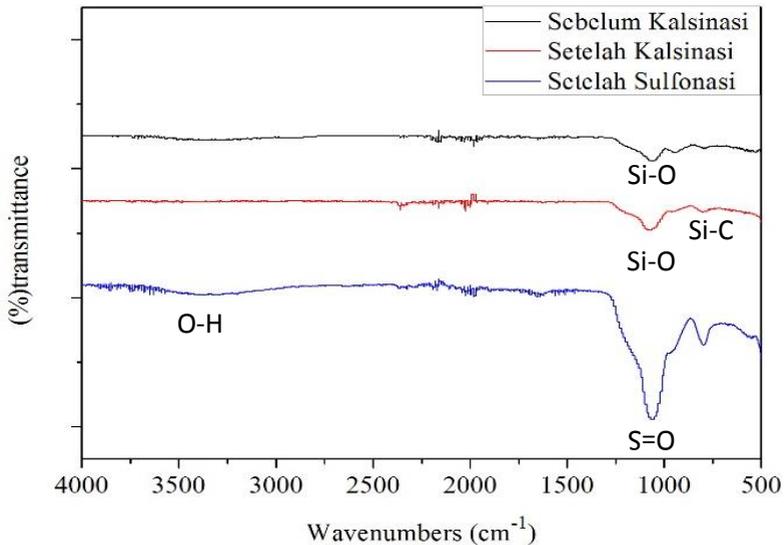
Gambar IV.6 Hasil Analisa SEM (a) Silika gel (Cho dkk., 1995), Katalis Asam Berbasis Komposit Silika-karbon dengan *Template* PEG: (b) 1 gram (c) 2 gram (d) 3 gram

IV.5. Uji Gugus Fungsi Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon

Uji gugus fungsi dilakukan untuk menunjukkan bahwa gugus sulfonat telah menempel pada permukaan komposit silika-karbon yang telah disulfonasi. Gugus sulfonat dapat dideteksi dari adanya ikatan rangkap antara unsur S dan O ($S=O$). Gambar IV.7 menunjukkan spektra FTIR dari komposit silika-karbon pada variabel PEG 2 gram dengan waktu sulfonasi 5 jam. Pada gambar IV.7 sebelum kalsinasi, ditunjukkan bahwa PEG-Silika hybrid

memiliki gugus Si-C dengan diperolehnya panjang gelombang ~ 800 cm, namun apabila dibandingkan dengan komposit Silika-karbon IV.7 setelah kalsinasi, terlihat bahwa gugus Si-C lebih dominan. Hal ini menunjukkan bahwa terbentuknya gugus Si-C setelah dilakukan proses kalsinasi. Selain itu terdapat beberapa puncak yang khas pada spektrum komposit silika-karbon tersulfonasi IV.7 terdapat panjang gelombang $1050-1080$ cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan S=O serta panjang gelombang $3200-3700$ cm^{-1} yang merupakan ikatan O-H yang mengindikasikan bahwa gugus sulfonat telah tergrafting pada pori-pori komposit silika-karbon. Pada grafik komposit silika-karbon tersulfonasi juga diperoleh *peak* pada panjang gelombang 1630 cm^{-1} dan 750 cm^{-1} yang merupakan ikatan C=C dan C-H secara berurutan, selain itu juga terdapat C=O (1740 cm^{-1}). Adanya C=O merupakan hasil reaksi oksidasi yang terjadi pada lapisan karbon saat dilakukannya proses sulfonasi (Valle-vigón dkk, 2012).

Pada gambar IV.7 terlihat bahwa ketiga spektrum memiliki kesamaan karakteristik spektrum FTIR pada $1000-1300$ cm^{-1} dan ~ 800 cm^{-1} mengidentifikasi adanya gugus siloxane (Si-O-Si) dan Si-C. Adanya ikatan Si-O-Si merupakan ikatan pada silika gel sebagai prekursor komposit silika-karbon, sedangkan Si-C menunjukkan bahwa karbon telah terdekomposisi ke dalam silika.



Gambar IV.7 Spektra FTIR Katalis Asam Berbasis Komposit Silika-karbon ber-template PEG 2 gram

IV.6. Uji Kapasitas Ion Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon

Kapasitas ion dari komposit silika-karbon tersulfonasi ditentukan dengan metode titrimetri asam basa. Komposit silika-karbon yang telah disulfonasi sebanyak 0,1 gram direndam di dalam larutan NaOH 0,1 N sebanyak 25 ml selama 48 jam. Kemudian larutan dititrasi dengan menggunakan HCl 0,1 N dan dihitung volume HCl yang dibutuhkan. Kelebihan NaOH dalam perendaman ini yang dapat dihitung dari kebutuhan HCl dalam proses titrasi untuk mengetahui berapa banyak kelebihan NaOH yang diperlukan dalam perendaman. Kapasitas ion (K_i) ditentukan dari jumlah $-Na$ yang bereaksi dengan $-SO_3H$ yang tergrafting pada permukaan silika sesuai rumus :

$$K_i \left(\frac{\text{mmol eq}}{\text{gr sampel}} \right) = \frac{(V_{\text{NaOH awal}} \times N_{\text{NaOH}})_{\text{awal}} - (V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}})_{\text{titrasi}}}{\text{gram komposit karbon - silika tersulfonasi}}$$

Berdasarkan tabel IV.3 Komposit silika-karbon dengan sulfonasi 10 jam memiliki kapaitas ion yang lebih besar dibandingkan dengan dulfonasi 5 jam. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama sulfonasi maka kapasitas ion katalis akan semakin besar.

Tabel IV.3. Nilai Kapasitas Ion Komposit Silika-karbon dengan *Template* PEG pada Berbagai Konsentrasi PEG dan Lama Sulfonasi

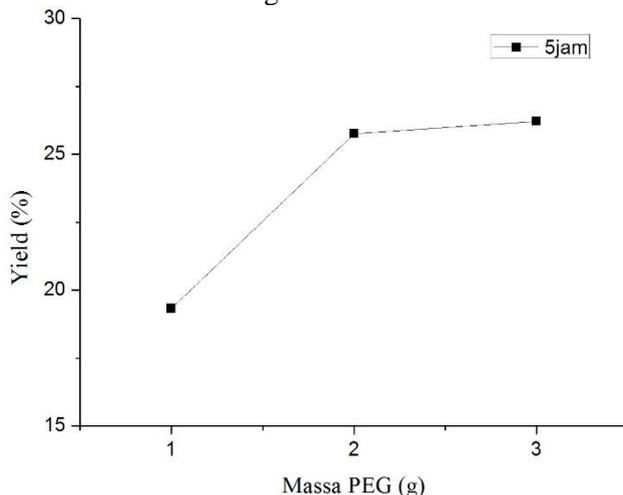
Massa PEG (g)	Kapasitas Ion (meq/gr sampel)	
	5 jam	10 jam
1	5,13	5,37
2	5,90	6,09
3	6,26	6,31

Selain itu, dari tabel IV.3 dapat dilihat juga bahwa semakin banyak massa PEG yang digunakan, nilai dari kapasitas ion juga semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan *surface area* diikuti dengan peningkatan kapasitas ion. Lapisan material karbon yang melapisi permukaan silika menyediakan karbon aromatik reaktif sebagai tempat menempelnya gugus sulfonat ($-\text{SO}_3\text{H}$). Nilai kapasitas ion terbesar adalah pada variabel massa PEG 3 gram yaitu sebesar 6,31 meq/gr. Nilai kapasitas ion yang dimiliki oleh komposit silika-karbon ini telah melebihi nilai kapasitas ion dari Amberlyst-15 yaitu sebesar 4,7 meq/g (Valle-Vigon, 2012). Dengan nilai kapasitas ion yang besar ini menunjukkan bahwa komposit silika-karbon sangat berpotensi untuk dijadikan katalis.

IV.7. Uji Performa Katalis Berbasis Komposit Silika-karbon

Untuk mengetahui keefektifan komposit silika-karbon sebagai katalis asam, dilakukan analisis penggunaan komposit sebaga katalis pada reaksi esterifikasi. Reaksi esterifikasi asam

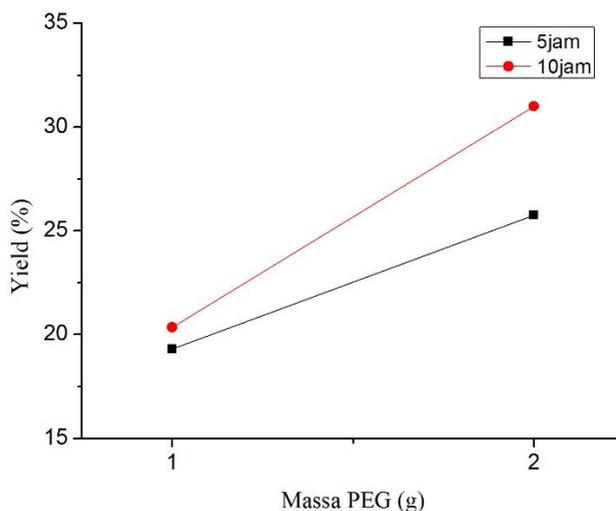
asetat dengan methanol dipilih untuk menguji performa katalis dari komposit. Uji ini dilakukan dengan cara mereaksikan 50 mL metanol 96% dan 100 mL asam asetat glasial dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan kondensor refluks dan *magnetic stirrer* selama 3 jam pada suhu 70°C. Katalis yang digunakan dalam reaksi sebanyak 0,5 gram. Setelah direaksikan selama 3 jam, metil asetat yang dihasilkan dimurnikan dengan distilasi.



Gambar IV.8 Hasil Uji Performa Katalis dengan Reaksi Esterifikasi pada Komposit Silika-Karbon Variabel 5 Jam Sulfonasi

Telah diketahui bahwa seiring dengan bertambahnya massa PEG, maka luas permukaan komposit semakin besar. Komposit dengan luas permukaan yang besar akan menyediakan tempat terangkoknya gugus sulfonat yang lebih banyak. Pada gambar IV.8, dapat diamati bahwa terjadi peningkatan *yield* metil asetat pada setiap penambahan massa PEG. Hal tersebut membuktikan bahwa pada komposit dengan luas permukaan yang besar, gugus sulfonat yang terangkok semakin banyak. Sehingga saat dilakukan uji performa katalis, variable massa PEG 3 gram memberikan hasil yang tertinggi yaitu sebesar 26,22 %.

Selain itu, kita juga melakukan perbandingan pada komposit dengan lama waktu sulfonasi 5 jam dan 10 jam. Hasil perbandingan dapat dilihat pada gambar IV.9 yang menunjukkan adanya peningkatan *yield* pada komposit dengan waktu sulfonasi 10 jam. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu sulfonasi, maka gugus sulfonat yang tercangkok pada komposit juga semakin banyak.



Gambar IV.9 Hasil Perbandingan Komposit Silika-Karbon dengan Waktu Sulfonasi 5 Jam dan 10 Jam pada Uji Performa Katalis

Sebagai pembandingan, dilakukan reaksi esterifikasi tanpa menggunakan katalis. Dengan kondisi yang sama, didapatkan hasil *yield* sebesar 16,00 %. Adanya gugus sulfonat pada pori-pori pada komposit silika-karbon yang bersifat hidrofil dapat dengan mudah menarik senyawa asam asetat dan methanol untuk berinteraksi dengan katalis. Namun dengan kapasitas ion yang cukup besar, *yield* yang dihasilkan oleh masing-masing komposit belum cukup baik. Hal ini dapat dipengaruhi oleh lebih banyak gugus asam lain (-OH dan -COOH) yang tertempel pada permukaan katalis dibandingkan dengan gugus sulfonat. Asam sulfat merupakan

katalis yang sangat cocok digunakan untuk reaksi esterifikasi. Asam Sulfat telah banyak digunakan di berbagai industri yang melibatkan reaksi esterifikasi pada proses utama mereka. Dengan adanya gugus sulfonat yang dapat dicangkokkan pada komposit, maka katalis ini berpotensi sebagai pengganti katalis homogen.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, dapat disimpulkan bahwa :

1. Surface area dan volume pori terbesar didapat pada katalis asam berbasis komposit karbon-silika pada konsentrasi PEG 3 gram dengan *surface area* 287,109 m²/gram dan volume pori 2,677 cc/gram.
2. Waktu sulfonasi yang lebih lama menghasilkan yield produk reaksi yang lebih besar, di mana katalis asam berbasis komposit karbon-silika dengan template PEG 2 gram waktu sulfonasi 10 jam menghasilkan yield 31,01%

V.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, berikut merupakan saran untuk pembuatan katalis asam berbasis komposit silika-karbon selanjutnya:

1. Pengujian kinerja katalis sebaiknya dilakukan dengan menganalisa produk reaksi esterifikasi menggunakan Gas Kromatografi agar didapatkan hasil yang akurat.
2. Melakukan uji performa katalis untuk pemakaian ulang pada reaksi yang sama agar diketahui kemampuan katalis dalam pemakaian ulang.

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Ambarwati, E. T. and J. C. Dewi. 2015. *Sintesa Komposit Silika Karbon Dengan Metode Sol-Gel*.
- Chavan, Fulchand, Balaji Madje, Jagdish Bharad, Milind Ubale, and Madhav Ware. 2008. "Silicagel Supported NaHSO₄ Catalyzed Organic Reaction: An Efficient Synthesis of Coumarins." *Bulletin of the Catalysis Society of India* 7:41–45.
- Cho, S., Nakanishi, K., Kokubo, T., Ohtsuki, C., Nakamura, T., Kitsugi, T., & Yamamuro, T. 1995. "Dependence of Apatite Formation on Silica Gel on Its Structure: Effect of Heat Treatment". *Journal of American Ceramic Society*, 74.
- Gupta, Raman, Vineet Kumar, and Monika Gupta. 2008. "Silica Supported Zinc Chloride Catalyzed Acetylation of Amines , Alcohols and Phenols." *Indian Journal of Chemistry* 47(November):1739–43.
- Hakim, Lukman and Dyah Palupi. 2015. *Sintesis Komposit Silika Karbon Sebagai Aplikasi Adsorben*.
- Kusnanto, Andar and Supriyono. 2013. *Sintesis Komposit Silika-Karbon Dari Geothermal Sludge*.
- Liu, Ya et al. 2009. "Preparation and Properties of Sulfonated Carbon – Silica Composites from Sucrose Dispersed on MCM-48." *Chemical Engineering Journal* 148:201–6.
- Setyawan, Heru and Ratna Balgis. 2011. "Mesoporous Silicas Prepared from Sodium Silicate Using Gelatin Templating." *Asia Pasific Journal of Chemical Engineering*.
- Setyawan, Heru, Minta Yuwana, and Ratna Balgis. 2015. "PEG-Templated Mesoporous Silicas Using Silicate Precursor and Their Applications in Desiccant Dehumidifi Cation Cooling Systems." *Microporous and Mesoporous Materials* 218:95–100.
- Shaterian, Hamid Reza and Hossein Yarahmadi. 2008. "Sodium Hydrogen Sulfate as Effective and Reusable Heterogeneous Catalyst for the One-Pot Preparation of Amidoalkyl

- Naphthols.” *The Archive for Organic Chemistry* (ii):105–14.
- Sulastris, Siti and Susila Kristianingrum. 2010. “Berbagai Macam Senyawa Silika : Sintesis, Karakterisasi Dan Pemanfaatan.” *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan Dan Penerapan MIPA* 211–16.
- Valle-vigón, Patricia, Marta Sevilla, and Antonio B. Fuertes. 2012. “Applied Surface Science Sulfonated Mesoporous Silica – Carbon Composites and Their Use as Solid Acid Catalysts.” *Applied Surface Science* 261:574–83.
- Wahyuni, Sri and Heru Setyawan. 2013. “Sintesis Silika Tersulfonasi Dari Waterglass Dengan Templat PEG Sebagai Katalis Asam Padat Dalam Pembuatan Pelumas Dari Minyak Nabati.” *Menara Perkebunan* 81(2):65–73.

BIOGRAFI PENULIS



VALENTINO PRATAMA REKO PAREIRA dilahirkan di Solo, Jawa Timur pada 14 Februari 1995. Penulis merupakan anak pertama dari 3 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di Sekolah Dasar Katolik Santo Yusuf Madiun, Sekolah Menengah Pertama Katolik Santo Yusuf Madiun, dan Sekolah Menengah Atas Negeri 3 Madiun. Pada tahun 2013 penulis menempuh pendidikan S1 di Departemen

Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Penulis melakukan kerja praktek di PT Elnusa Tbk Balikpapan, Kalimantan Timur. Penulis melakukan penelitian tugas akhir berjudul “ Sintesis Komposit Silika-Karbon sebagai Katalis Asam Padat” di laboratorium Elektrokimia dan Korosi jurusan Teknik Kimia FTI-ITS dibawah bimbingan Dr. Widiyastuti S.T, M.T dan Ni Made Intan Putri Suari S.T, M.T. Penulis dapat dihubungi melalui email: valentinopratamarekop@gmail.com

BIOGRAFI PENULIS



PRASETIYO LUMADI dilahirkan di Kota Surabaya pada 13 Desember 1995. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 2001 di SD Negeri Ketintang 3 Surabaya, SMP Negeri 12 Surabaya, dan SMA Negeri 15 Surabaya. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di Departemen Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2013. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi bernyanyi dan menonton *anime*. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktik di PT. Elnusa, Tbk di Balikpapan. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laborarium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. dan Ni Made Intan Putri Suari S.T., M.T. dengan judul Sintesis Komposit Silika-Karbon sebagai Katalis Asam Padat. Penulis dapat dihubungi melalui email: prasetiyolumadi@gmail.com