



**PENGARUH JUMLAH *P-TOLUENE SULFONIC*
ACID DAN *TETRAETHYL ORTHOSILICATE*
PADA SINTESIS KATALIS KOMPOSIT
KARBON SILIKA DENGAN PROSES
HIDROTERMAL**

Laporan Penelitian

Disusun untuk memenuhi tugas akhir guna mencapai gelar
sarjana di bidang ilmu Teknik Kimia

Oleh :

Maria Erliza Johan (2013620016)
Astrid Asclarizza Susanto (201362120)

Pembimbing :

Herry Santoso, S.T., M.T.M., Ph.D



JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN

No. Kode	: TK 20H P/17 2017
Tanggal	: 22 Februari 2017
No. Ind.	: 4230 - FTI / SKP 33497
Divisi	: _____
Hadiah / Roll	: _____ 1
Dari	: FTI



LEMBAR PENGESAHAN

JUDUL: PENGARUH JUMLAH *P-TOLUENE SULFONIC ACID* DAN *TETRAETHYL ORTHOSILICATE* PADA SINTESIS KATALIS KOMPOSIT KARBON SILIKA DENGAN PROSES HIDROTERMAL

CATATAN

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 6 Januari 2017

Pembimbing,

Herry Santoso, S.T., M.T.M., Ph.D



SURAT PERNYATAAN

Kami, yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Maria Erliza Johan

NRP : 6213016

Nama : Astrid Asclarizza Susanto

NRP : 6213120

Dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul :

PENGARUH JUMLAH P-TOLUENE SULFONIC ACID DAN TETRAETHYL ORTHOSILICATE PADA SINTESIS KATALIS KOMPOSIT KARBON SILIKA DENGAN PROSES HIDROTERMAL

Adalah hasil pekerjaan kami, dan seluruh ide, pendapat, dan materi dari sumber lain, telah dikutip dengan cara penulisan referensi yang sesuai.

Pernyataan ini kami buat dengan sebenar-benarnya dan jika pernyataan ini tidak sesuai dengan kenyataan, maka kami bersedia menanggung sanksi sesuai peraturan yang berlaku.

Bandung , 6 Januari 2017

Maria Erliza Johan
(6213016)

Astrid Asclarizza Susanto
(6213120)



LEMBAR REVISI

JUDUL: PENGARUH JUMLAH *P-TOLUENE SULFONIC ACID* DAN *TETRAETHYL ORTHOSILICATE* PADA SINTESIS KATALIS KOMPOSIT KARBON SILIKA DENGAN PROSES HIDROTERMAL

CATATAN

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 9 Januari 2017

Penguji,

Dr. Judy Retti Witono, Ir., M.App.Sc.

Hans Kristianto, S.T., M.T.



KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Kuasa karena anugerah-Nya yang luar biasa telah mengizinkan penulis menyelesaikan laporan penelitian ini dengan tepat waktu. Penelitian berjudul “Pengaruh Jumlah *P-toluene Sulfonic Acid* (TsOH) dan *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS) Pada Sintesis Katalis Komposit Karbon Silika Dengan Proses Hidrotermal” ini disusun sebagai salah satu bentuk prasyarat kelulusan Jurusan Proses Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan. Penulis menyadari tanpa orang-orang yang berada di samping penulis, laporan penelitian ini tidak dapat terselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Herry Santoso, ST, MTM, PhD, selaku dosen pembimbing yang telah membantu penulis dalam proses penyusunan laporan penelitian.
2. Orang tua yang sangat penulis banggakan dan sayangi, yang telah mendukung penulis untuk menyelesaikan laporan penelitian.
3. Teman-teman penulis yang telah memberikan semangat, dukungan dan bantuan kepada penulis.
4. Serta semua pihak yang ikut membantu penulis dalam proses penyusunan laporan penelitian.

Penulis menyadari bahwa proposal penelitian ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan laporan penelitian ini.

Akhir kata, penulis mengharapkan melalui laporan penelitian ini dapat membantu memperluas pengetahuan para pembaca.

Bandung, 6 Januari 2016

Penulis



DAFTAR ISI

COVER DALAM.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	ii
SURAT PERNYATAAN.....	iii
LEMBAR REVISI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
INTISARI.....	xii
ABSTRACT.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tema Sentral Masalah.....	3
1.3 Premis.....	3
1.4 Identifikasi Masalah.....	4
1.5 Tujuan Penelitian.....	4
1.6 Manfaat Penelitian.....	4
1.6.1 Bagi Ilmuwan.....	5
1.6.2 Bagi Dunia Industri.....	5
1.6.3 Bagi Lingkungan.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Katalis.....	6
2.2 Jenis-Jenis Katalis Berdasarkan Gugus Fungsi di dalam Dunia Industri.....	8
2.3.1 Katalis Asam.....	9
2.4 Katalis Asam Berdasarkan Fasanya.....	10
2.4.1 Katalis Homogen.....	10
2.4.2 Katalis Heterogen.....	11
2.5 Katalis Asam Heterogen dari Karbon Tersulfonasi.....	12
2.6 Biomassa Sebagai Bahan Baku Katalis Karbon Tersulfonasi.....	12
2.7 Metode Sintesis Katalis Karbon Tersulfonasi.....	14

2.7.1 Metode Karbonisasi Tidak Sempurna Menggunakan H ₂ SO ₄	14
2.7.2. Metode Karbonisasi dengan Sulfonasi pada Struktur Karbon Khusus	14
2.7.3. Metode Karbonisasi Pirolisis-Sulfonasi	15
2.7.4 Metode Karbonisasi dengan Impregnasi (Karbon Aktif Tersulfonasi)	18
2.7.5 Metode Karbonisasi Hidrotermal-Sulfonasi (Dua Tahap).....	20
2.7.6 Metode Karbonisasi Hidrotermal Satu Tahap	21
2.9 Metode Analisis Katalis.....	26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	33
3.1 Pembuatan katalis berbahan dasar pati.....	33
3.2 Analisis Sifat Kimia Katalis	35
3.3 Uji Kinerja Katalis.....	35
3.4 Rancangan Percobaan.....	36
3.5 Lokasi dan Rencana Kerja.....	37
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	38
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	50
Daftar Pustaka	52
LAMPIRAN A METODE ANALISIS	56
A.1 Penentuan Konversi	56
A.2 Penentuan Nilai Acid Site Density	56
LAMPIRAN B LEMBAR DATA KESELAMATAN BAHAN.....	57
B.1 Asam Asetat.....	57
B.1.1 Identifikasi bahan.....	57
B.1.2 Sifat fisika dan kimia	57
B.1.3 Identifikasi bahaya.....	57
B.1.4 Pertolongan pertama	58
B.1.5 Tindakan Atasi Kecelakaan	58
B.1.6 Perlakuan dan Penyimpanan Bahan.....	59
B.1.7 Proteksi	59
B.2 Butanol.....	59
B.2.1 Identifikasi bahan.....	59
B.2.2 Sifat fisika dan kimia	59
B.2.3 Identifikasi bahaya.....	59
B.2.4 Pertolongan pertama	60

B.2.5 Tindakan Atasi Kecelakaan	61
B.2.6 Perlakuan dan Penyimpanan Bahan.....	61
B.2.7 Proteksi	61
B.3 P-Toluenesulfonic acid (TsOH).....	61
B.3.1 Identifikasi bahan.....	61
B.3.2 Sifat fisika dan kimia	61
B.3.3 Identifikasi bahaya.....	62
B.3.4 Pertolongan pertama	62
B.3.5 Tindakan Atasi Kecelakaan	63
B.3.6 Perlakuan dan Penyimpanan Bahan.....	63
B.3.7 Proteksi	63
B.4 Tetraethyl orthosilicate (TEOS).....	63
B.4.1 Identifikasi bahan.....	63
B.4.2 Sifat fisika dan kimia	64
B.4.3 Identifikasi bahaya.....	64
B.4.4 Pertolongan pertama	64
B.4.5 Tindakan Atasi Kecelakaan	65
B.4.6 Perlakuan dan Penyimpanan Bahan.....	65
B.4.7 Proteksi	66
B.5 Natrium hidroksida	66
B.5.1 Identifikasi bahan.....	66
B.5.2 Sifat fisika dan kimia	66
B.5.3 Identifikasi bahaya.....	66
B.5.4 Pertolongan pertama	66
B.5.5 Tindakan atasi kecelakaan	68
B.5.6 Perlakuan dan penyimpanan bahan.....	67
LAMPIRAN C HASIL ANTARA	68
C.1 Penentuan Konversi Reaksi Esterifikasi	68
C.2 Penentuan Nilai <i>Acid Site Density</i>	68
LAMPIRAN D GRAFIK	70
D.1 Grafik Konversi Terhadap Variasi Jumlah TsOH dan TEOS	70
D.2 Grafik Nilai <i>Acid Site Density</i> Terhadap Variasi Jumlah TsOH dan TEOS.....	70



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Siklus Katalis.....	6
Gambar 2.2. Jalur Reaksi Katalitik Sintesis Amonia.....	7
Gambar 2.3. Struktur Katalis Karbon Tersulfonasi dari Biomassa.....	13
Gambar 2.4. Sintesis Katalis Asam Karbon dengan Pirolisis-Sulfonasi.....	15
Gambar 2.5. Sintesis Katalis Karbon Menggunakan TsOH.....	23
Gambar 2.6. Perbandingan konversi pada reaksi esterifikasi.....	23
Gambar 2.7 Proses Karbonisasi dan Sulfonasi Katalis Asam Heterogen.....	24
Gambar 2.8. Katalis Komposit Karbon Silika dengan Metode Hidrotermal Satu Tahap... ..	25
Gambar 2.9. Struktur Asam P-Toluene Sulfonic (TsOH).....	26
Gambar 3.1. 100mL Teflon-Lined Stainless Steel Autoclave.....	33
Gambar 3.2. Diagram Alir Proses Pembuatan Katalis Karbon Komposit dengan Metode Hidrotermal Satu Tahap.....	34
Gambar 3.3. Diagram Alir Proses Uji Kinerja Katalis dengan Asam Asetat dan Butanol.....	36
Gambar 4.1. Katalis Komposit Karbon Silika.....	40
Gambar 4.2. Struktur Lembaran Polisiklik Aromatik Karbon dan Gugus SO ₃ H Katalis Asam Heterogen.....	41
Gambar 4.3. Mekanisme Reaksi Substitusi Elektrofilik Pada Proses Sulfonasi.....	41
Gambar 4.4. Hasil Penyaringan katalis dari Larutan NaCl.....	42
Gambar 4.5. Penambahan Indikator dan Hasil Titrasi Nilai Acid Site Density.....	42
Gambar 4.6. Kecenderungan Jumlah TsOH & TEOS Terhadap Nilai Acid Site Density ..	43
Gambar 4.7. Reaksi Esterifikasi Asam Asetat dan Butanol.....	45
Gambar 4.8. Hasil Penyaringan Katalis dari Butil Asetat.....	45
Gambar 4.9. Pemisahan Fasa Atas dan Fasa Bawah Produk Esterifikasi.....	46
Gambar 4.10. Hasil Titrasi Penentuan Konversi Reaksi Esterifikasi.....	46
Gambar 4.11. Kecenderungan Jumlah TsOH dan TEOS Terhadap Konversi.....	48
Gambar A.1. Diagram alir penentuan konversi.....	56
Gambar A.2. Diagram alir penentuan nilai acid site density.....	57



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Perbandingan Antara Katalis Homogen dan Heterogen.....	10
Tabel 2.2. Katalis Berbahan Dasar Gula dengan Metode Pirolisis-Sulfonasi.....	16
Tabel 2.3 Perbandingan Katalis Karbon Asam dengan Pirolisis-Sulfonasi.	17
Tabel 2.4. Aplikasi Katalis Karbon Tersulfonasi pada Berbagai Reaksi.	29
Tabel 3.1. Variasi Rancangan Percobaan Massa TsOH dan TEOS.	37
Tabel 3.2. Tabel Rencana Kerja.	37
Tabel 4.1 Nilai Acid Site Density Katalis.	43
Tabel 4.2. Hasil Konversi Reaksi Esterifikasi.....	47



INTISARI

Katalis merupakan suatu substansi kimia yang mampu mempercepat laju reaksi kimia saat mendekati kesetimbangan. Kebutuhan akan katalis pada berbagai reaksi kimia dalam dunia industri semakin besar. Katalis asam heterogen lebih banyak digunakan karena sifatnya yang stabil dan mudah didaur ulang sehingga mampu mengurangi limbah. Namun, kebanyakan katalis asam heterogen komersial seperti Amberlyst dan Nafion-15 memiliki harga yang relatif mahal, maka dari itu dikembangkanlah katalis asam heterogen yang disintesis dari biomassa berupa pati menjadi katalis komposit karbon silika tersulfonasi. Katalis komposit karbon silika tersulfonasi yang dihasilkan merupakan katalis yang ramah lingkungan serta memiliki aktivitas katalis yang baik meski digunakan berulang kali dalam suatu reaksi tertentu.

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui jumlah asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) dan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) yang optimum dalam pembuatan katalis komposit karbon silika tersulfonasi dengan proses hidrotermal satu tahap. Proses hidrotermal dilakukan dengan cara memanaskan biomassa dalam kondisi basah dengan temperatur 180°C dan waktu hidrotermal selama 48 jam. Bahan baku yang digunakan adalah pati. Pada penelitian ini digunakan asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) sebagai molekul *bifunctional* untuk mengkatalisis proses karbonisasi sekaligus membentuk kelompok -SO₃H ke permukaan material karbon yang dihasilkan. Asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) divariasikan sebanyak 3 level yaitu 1 gram, 2 gram, dan 3 gram dan digunakan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) yang divariasikan sebanyak 4 level yaitu tanpa TEOS, 1 gram, 2 gram, dan 3 gram dengan tujuan untuk memperluas permukaan katalis sehingga katalis dapat diaplikasikan tidak hanya pada reaksi yang bersifat hidrofilik namun bisa menunjukkan aktivitas katalis yang baik pada reaksi hidrofobik. Pada penelitian ini, katalis komposit karbon silika tersulfonasi akan diuji kinerjanya melalui reaksi esterifikasi asam asetat dengan butanol menjadi butil asetat.

Berdasarkan hasil penelitian sintesis katalis komposit karbon silika tersulfonasi, katalis yang terbentuk melalui proses hidrotermal satu tahap dengan menggunakan asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) sebagai agen sulfonasi dan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) sebagai support memiliki kinerja yang baik pada reaksi esterifikasi. Variasi penambahan jumlah asam TsOH dan support TEOS berhasil meningkatkan konversi asam asetat dan butanol menjadi butil asetat. Pada variasi jumlah asam TsOH dan support TEOS sebanyak 3 gram, yang merupakan jumlah variasi paling banyak, konversi pada reaksi esterifikasi mencapai 95,07%. Faktor dari katalis yang paling mempengaruhi konversi reaksi esterifikasi adalah nilai *acid site density*. Katalis komposit karbon silika tersulfonasi yang disintesis memiliki nilai *acid site density* yang semakin besar seiring dengan naiknya jumlah variasi asam TsOH, dan juga menurun seiring dengan naiknya jumlah variasi support TEOS. Pada variasi asam TsOH paling besar yaitu sebesar 3 gram dan tanpa ada penambahan TEOS, nilai *acid site density* menunjukkan nilai paling besar yaitu 2,75 mmol/g. Sedangkan pada variasi jumlah asam TsOH paling kecil yaitu sebesar 1 gram dan jumlah variasi TEOS paling besar yaitu 3 gram, nilai *acid site density* menunjukkan nilai paling kecil yaitu 0,25 mmol/g.

Kata kunci: *acid site density*, katalis asam heterogen, katalis komposit karbon silika tersulfonasi, hidrotermal



ABSTRACT

Catalyst is a chemical substance which is capable of accelerating chemical reaction rate when approaching equilibrium. The need to use catalyst in various chemical reactions in chemical industries has increase. Heterogeneous acid catalyst is more widely used because it is stable and can be easily recycled thus can reduce wastes. However, most commercial heterogeneous acid catalyst such as Amberlyst and Nafion-15 has a relatively expensive price, therefore researchers have been developing heterogeneous acid catalyst synthesized from biomass such as starch into sulfonated silica carbon composite catalyst. The sulfonated silica carbon catalyst produced is environmentally friendly and has a good activity even if it is use repeatedly in a particular reaction.

This research was conducted in order to determine the optimum amount of p-toluene sulfonic acid (TsOH) and tetraethyl orthosilicate (TEOS) in the synthesis of sulfonated silica composite carbon catalyst with one stage hydrothermal process. The hydrothermal process is done by heating the biomass in wet condition with a temperature of 180°C and hydrothermal time of 48 hours. The raw material used in this research is starch. In this experiment, p-toluene sulfonic acid (TsOH) acts as a bifunctional molecule to catalyze the carbonization process as well as forming $-SO_3H$ in the surface of the carbon material produced. P-toluene sulfonic acid (TsOH) is varied in three levels, which are 1 gram, 2 grams, and 3 grams and tetraethyl orthosilicate (TEOS) is varied in four levels, which are without TEOS, 1 gram, 2 grams, and 3 grams with the aim to expand the surface area of catalyst so the catalyst can be applied not only to the hydrophilic reaction but can also indicate good activity in hydrophobic reaction. In this research, sulfonated silica composite carbon catalyst will be tested through esterification reaction to convert acetic acid and butanol into butyl acetate.

Based on this research of sulfonated silica composite carbon catalyst synthesis, catalyst formed through one step hydrothermal process which used p-toluene sulfonic acid (TsOH) and tetraethyl orthosilicate (TEOS) has a good performance in esterification reaction. The addition of TsOH acid and TEOS managed to increase the conversion of acetic acid and butanol into butyl acetate. In varying the amount of TsOH acid and TEOS support as much as 3 grams, which is the highest amount of variation, the conversion of the esterification reached 95.07%. Factors that has the most influence for esterification reaction conversion is the value of acid site density. The value of acid site density in sulfonated silica composite carbon catalyst increased along with the increasing amount of TsOH and also decreased with the increasing numbers of TEOS support. In the highest variation of TsOH acid which is 3 grams, and without addition of TEOS, acid site density value indicates the highest value of 2.75 mmol/g. When the variation of TsOH acid is at the lowest value of 1 gram and in the highest amount of TEOS which is 3 grams, acid site density value indicate the smallest value, which is 0.25 mmol/g.

Keywords: acid site density, heterogenous acid catalyst, sulfonated silica composite carbon catalyst, hydrothermal

BAB I

PENDAHULUAN



1.1 Latar Belakang

Dalam industri kimia, katalis telah digunakan secara luas pada berbagai reaksi. Berdasarkan gugus fungsinya, katalis dapat dibedakan menjadi dua golongan, yaitu katalis asam dan katalis basa. Katalis basa membutuhkan temperatur yang tinggi, mudah terdeaktivasi oleh air dan asam, serta *coke formation* terjadi dengan sangat cepat.^[1] Pada penelitian ini, digunakan katalis asam yang lebih stabil dan mudah didapat. Berdasarkan fasanya, terdapat dua jenis katalis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen memiliki fasa yang sama dengan reaktan sehingga pemisahan katalis pada katalis homogen sulit dilakukan dan membutuhkan biaya yang tinggi sedangkan katalis heterogen memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan. Sulitnya pemisahan katalis homogen, menyebabkan penggunaan katalis heterogen lebih banyak digunakan dalam dunia industri.

Kekurangan dari katalis asam heterogen adalah harga katalis yang relatif mahal sehingga diperlukan upaya untuk menghasilkan katalis asam heterogen dengan perolehan tinggi dan harga yang ekonomis. Katalis asam heterogen dari karbon tersulfonasi banyak dikembangkan karena ramah lingkungan, memiliki densitas gugus -OH dan sisi asam Bronsted yang tinggi (-SO₃H dan -COOH). Dalam mensintesis katalis karbon tersulfonasi, dapat digunakan bahan dasar berupa biomassa dengan gugus dasar gula yang akan menghasilkan katalis dengan performa tinggi yang bisa didapatkan dari molekul alami yang murah dan melimpah, terdiri dari karbon amorf tersulfonasi, dan dapat dengan mudah didaur ulang.^[2]

Terdapat beberapa metode yang dapat digunakan untuk sintesis katalis asam heterogen berbahan dasar biomassa. Metode pirolisis-sulfonasi merupakan salah satu metode yang paling umum digunakan. Tahap pirolisis dilakukan untuk membentuk rantai karbon polisiklik aromatik dan tahap sulfonasi bertujuan untuk memasukkan gugus aktif -SO₃H ke dalam rantai karbon polisiklik aromatik tersebut. Konversi, perolehan, dan tingkat keasaman yang dihasilkan dari metode pirolisis-sulfonasi relatif besar. Akan tetapi, metode ini memiliki beberapa kelemahan, diantaranya membutuhkan temperatur tinggi, waktu

lama, dan tidak ramah lingkungan karena menggunakan H_2SO_4 sebagai agen sulfonasinya.^[3]

Untuk memperbanyak gugus fungsi sulfonat yang menempel pada permukaan katalis karbon, metode aktivasi kimia atau impregnasi biasanya digunakan untuk menghasilkan katalis karbon tersulfonasi dengan luas permukaan yang besar untuk meningkatkan aktivitas katalis dalam suatu reaksi. Metode ini dilakukan dengan mengkarbonisasi *precursor* menggunakan agen kimia. Agen kimia yang umum digunakan adalah KOH, K_2CO_3 , NaOH, Na_2CO_3 , $AlCl_3$, $ZnCl_2$, $MgCl_2$, dan H_3PO_4 . Metode impregnasi atau aktivasi permukaan katalis karbon sudah banyak digunakan namun metode ini merupakan metode yang kurang efisien karena prosesnya masih memerlukan tahapan lain untuk mensintesis katalis karbon tersulfonasi.

Metode karbonisasi hidrotermal membentuk rantai karbon polisiklik aromatik sekaligus memasukkan gugus fungsi ke dalam rantai karbon. Pada metode hidrotermal kondisi temperatur yang relatif lebih rendah dari pirolisis, tidak dibutuhkannya aliran gas inert untuk menghilangkan oksigen dari proses, murah, dan mudah dilakukan. Proses hidrotermal dua tahap (hidrotermal-sulfonasi) menggunakan H_2SO_4 sehingga tidak ramah lingkungan, selain itu waktu yang dibutuhkan lama. Proses hidrotermal satu tahap dikembangkan supaya lebih efisien dan ramah lingkungan. Dalam metode hidrotermal satu tahap, agen sulfonasi yang digunakan pada umumnya adalah asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) yang bertindak sebagai molekul *bifunctional* untuk mengkatalisis proses karbonisasi dan membentuk gugus $-SO_3H$. Asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) berbeda dengan asam sulfat dimana asam ini tidak memiliki kemampuan dehidrasi yang cepat seperti pada asam sulfat sehingga proses karbonisasi yang dikatalisis dengan asam ini berjalan lebih lambat sehingga tidak merusak karbon polisiklik aromatik dan gugus hidroksil yang terlibat dalam proses ini mampu mengikat gugus $-SO_3H$ ke permukaan katalis.

Katalis karbon tersulfonasi yang hidrofilik dengan luas permukaan yang kecil, hanya menunjukkan aktivitas katalis yang baik pada reaksi yang bersifat hidrofilik. Namun, gugus fungsional hidrofilik pada katalis cenderung menunjukkan aktivitas katalis yang buruk pada reaksi yang bersifat hidrofobik karena sulitnya penggabungan molekul hidrofobik ke gugus asam ($-SO_3H$). Karena faktor tersebut, katalis karbon komposit yang memiliki sifat hidrofilik akan disintesis untuk membuat katalis dengan luas permukaan yang besar dengan memberi *support* berupa *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) yang

memiliki harga lebih ekonomis dibanding *support* lainnya seperti golongan *mesoporous silica* atau alumina.^[4]

Dalam penelitian ini, katalis asam heterogen dengan struktur komposit karbon silika dari bahan dasar pati akan disulfonasi dengan asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) sebagai agen sulfonasi dan diberi TEOS sebagai *support* untuk memperbesar luas permukaan melalui metode hidrotermal satu tahap. *P-toluene sulfonic* (TsOH) sebagai asam yang memiliki gugus sulfonat akan bertindak sebagai molekul *bifunctional* untuk mengkatalisis proses karbonisasi sekaligus membentuk kelompok $-SO_3H$. Selain itu penggunaan TEOS sebagai *support* juga menjadi fokus penelitian ini untuk mensintesis katalis karbon tersulfonasi dari bahan dasar pati untuk memperoleh katalis dengan luas permukaan spesifik yang besar sehingga katalis dapat diaplikasikan tidak hanya pada reaksi hidrofilik melainkan juga untuk reaksi hidrofobik. Adapun jumlah agen sulfonasi dan *support* yang terlibat dalam proses hidrotermal satu tahap ini divariasikan untuk memperoleh komposisi katalis komposit karbon silika yang optimum untuk menghasilkan kinerja katalis yang paling baik.

1.2 Tema Sentral Masalah

Katalis komposit karbon silika dapat disintesis dari bahan baku biomassa dengan gugus fungsi gula. Dalam penelitian ini akan disintesis katalis komposit karbon silika dengan luas permukaan yang besar menggunakan proses karbonisasi hidrotermal satu tahap. Sintesis katalis menggunakan proses ini mampu mengurangi limbah kimia yang berbahaya karena meminimalisir penggunaan asam kuat seperti asam sulfat pada proses sulfonasi. Parameter kunci untuk kinerja katalis dengan bahan baku biomassa seperti pati serta komposisi TsOH dan TEOS pada karbonisasi hidrotermal perlu diperhatikan untuk memperoleh komposisi yang menghasilkan kinerja katalis yang paling baik.

1.3 Premis

1. Kondisi hidrotermal satu tahap dengan temperatur $180^{\circ}C$ dan waktu hidrotermal selama 24 jam, dengan asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) sebagai agen sulfonasi. (Baoua Zhang, et al, 2010)
2. Proses karbonisasi hidrotermal satu tahap menggunakan pati sebagai bahan baku dan dilakukan pada temperatur $180^{\circ}C$. (Liang, Li, & Qi, 2011)

3. Proses karbonisasi hidrotermal satu tahap menggunakan asam *p-toluene sulfonic* (TsOH) sebagai agen sulfonasi dengan variasi komposisi asam sebanyak 1-3 gram. Katalis dengan komposisi asam 3 gram memiliki nilai *acid sites* sebesar 1,99 mmol/gram. (Weili Zhang, et al, 2011)
4. Proses karbonisasi hidrotermal satu tahap menggunakan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) sebanyak 2 gram sebagai aktivator menghasilkan katalis dengan luas permukaan spesifik sebesar 532 m²/gram. Luas permukaan spesifik yang dihasilkan tanpa TEOS sebesar 126 m²/gram. Luas permukaan dianalisis dengan BET. (Lu, Liang, & Qi, 2012)
5. Proses karbonisasi hidrotermal satu tahap menggunakan 10 gram *de-ionized water* untuk membuat kondisi hidrotermal yang basah (*wet pyrolysis*). (Baoua Zhang, et al, 2010)
6. Air pada katalis karbon komposit dipisahkan dengan cara katalis dicuci menggunakan *hot distilled water* dengan temperatur 80°C. (Weili Zhang, et al, 2010)
7. Katalis karbon komposit yang telah jadi dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama semalam. (Wang, Xu, Ren, Liu, & Lu, 2011)

1.4 Identifikasi Masalah

1. Apakah jumlah agen sulfonasi dan *support* yang berbeda pada karbonisasi hidrotermal memberikan dampak pada konversi katalis?
2. Bagaimana nilai *acid site density* katalis berbahan dasar pati terhadap variasi komposisi agen sulfonasi dan *support* yang berbeda?

1.5 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh jumlah TsOH dan TEOS terhadap performa katalis komposit karbon silika yang disintesis melalui proses hidrotermal satu tahap.
2. Mengetahui pengaruh jumlah TsOH dan TEOS terhadap luas permukaan katalis yang dihasilkan.
3. Mengetahui pengaruh jumlah TsOH dan TEOS terhadap nilai *acid site density* katalis.

1.6 Manfaat Penelitian

Penelitian mengenai pembuatan katalis komposit karbon silika berbahan dasar pati memiliki manfaat bagi ilmuwan, industri, dan lingkungan.

1.6.1 Bagi Ilmuwan

1. Mengetahui jumlah TEOS yang paling baik untuk sintesis katalis asam heterogen dengan struktur komposit karbon silika untuk luas permukaan yang besar menggunakan proses karbonisasi hidrotermal satu tahap.
2. Mengetahui pengaruh jumlah TsOH dan TEOS dalam proses karbonisasi hidrotermal satu tahap yang optimum untuk sintesis katalis komposit karbon silika berbahan dasar pati.

1.6.2 Bagi Dunia Industri

1. Menemukan metode yang efektif untuk mensintesis katalis komposit karbon silika.
2. Menurunkan biaya produksi dari sintesis katalis komposit karbon silika karena bahan dasar yang berasal dari alam sehingga murah dan efisien.
3. Menghasilkan perolehan yang tinggi dari suatu reaksi yang dikatalisasi oleh katalis komposit karbon silika.

1.6.3 Bagi Lingkungan

1. Menciptakan proses yang ramah lingkungan dalam sintesis katalis komposit karbon silika yang berlangsung pada temperatur rendah.
2. Mengurangi dampak korosif dari penggunaan katalis homogen asam pada lingkungan.
3. Mengurangi dampak pencemaran lingkungan dan limbah kimia yang berbahaya karena sintesis katalis komposit karbon silika pada proses hidrotermal satu tahap mampu meminimalisir penggunaan asam kuat seperti asam sulfat.