Chemica Isola

https://ejournal.upi.edu/index.php/CI/index

ARTICLE

Pengaruh Prekursor Asam 5-sulfosalisilat Dihidrat dan Amonium Format pada Katalis FCM sebagai Implementasi Carbon Capture and Utillization Technologies

Aidin Ginanjar[1], Rahma Puspa Permatasari[1], Rida Puspa Asih[1], Roza Nur Salsabila[1], Alfiana Adhitasari[1]*

[1] Politeknik Negeri Bandung, Indonesia

Koresponden: E-mail: alfiana.adhitasari@polban.co.id

Diterima 01 Sept 2024
Diperbaiki 26 Oct 2024
Diterbitkan 17 Nov 2024

ABSTRAK

Saat ini, emisi karbon menjadi salah satu penyebab terjadinya perubahan iklim dan pemanasan global bersama dengan gas efek rumah kaca. Pendekatan yang dapat dilakukan dalam implementasi Carbon Capture and Utilization Technologies berupa pemanfaatan karbon menjadi katalis Functional Carbon Materials (FCM). Katalis Functional Carbon Materials (FCM) dibuat melalui metode karbonisasi hidrotermal. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari penambahan asam 5-sulfosalisilat dihidrat dan amonium format pada katalis ditinjau dari konsentrasi asam dan karakteristik katalis. Secara garis besar, penelitian ini terbagi menjadi tiga tahapan yaitu pembuatan katalis, analisis konsentrasi asam katalis dan uji karakteristik katalis dengan menggunakan uji FT-IR dan uji BET. Hasil akhir penelitian didapatkan konsentrasi asam katalis terbesar didapatkan pada katalis S-FCM dengan penambahan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat sebesar 4,05 mmol/g. Katalis yang ditambahkan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat (S-FCM) menghasilkan spektra yang mengindikasikan adanya gugus sulfonat. Sedangkan katalis yang ditambahkan prekursor amonium format menghasilkan spektra yang mengindikasikan adanya gugus amino. Berdasarkan hasil pengujian BET, katalis NS-FCM menghasilkan luas permukaan terbesar dan ukuran pori yang kecil dengan nilai masing-masing 10,1 mm2/g dan 18,67 nm.

Keyword: *emisi karbon, katalis FCM, karbonisasi hidrotermal.*

ABSTRACT

Currently, carbon emissions are one of the causes of climate change and global warming along with greenhouse effect gases. The approach that can be taken in implementing Carbon Capture and Utilization Technologies is the use of carbon as a catalyst for Functional Carbon Materials (FCM). Functional Carbon Materials (FCM) catalysts are made via the hydrothermal carbonization method. This research aims to determine the effect of adding 5-sulfosalicylic acid dihydrate and ammonium formate to the catalyst in terms of acid concentration and catalyst characteristics. In general, this research is divided into three stages, namely making the catalyst, analyzing the acid concentration of the catalyst and testing the characteristics of the catalyst using the FT-IR test and BET test. The final results of the research showed that the largest catalyst acid concentration was obtained in the S-FCM catalyst with the addition of 5-sulfosalicylic acid dihydrate precursor of 4.05 mmol/g. The catalyst added with the precursor 5-sulfosalicylic dihydrate (S-FCM) produces a spectrum indicating the presence of a sulfonate group. Meanwhile, the catalyst to which the ammonium formate precursor was added produced a spectrum indicating the presence of an amino group. Based on the BET test results, the NS-FCM catalyst produces the largest surface area and the smallest pore size with values of 10.1 mm2/g and 18.67 nm.

Kata Kunci: *carbon emissions, FCM catalyst, hydrothermal carbonization.*

PENDAHULUAN

Saat ini, emisi karbon menjadi salah satu penyebab terjadinya perubahan iklim dan pemanasan global bersama dengan gas efek rumah kaca. Menurut Dirjen Minyak dan Gas Bumi, Indonesia berkomitmen untuk mengurangi emisi karbon dengan menaikkan target Enhanced Nationally

Determined Contribution (E-NDC) menjadi 32% atau setara dengan 912 juta ton CO2 pada tahun 2030 [1]. Penerapan teknologi Carbon Capture and Utilization menjadi langkah solutif yang dapat diterapkan untuk mengurangi emisi karbon dan gas CO2. Implementasi teknologi ini dapat menyongsong agenda Indonesia Zero Carbon Emission 2060. Selain itu, teknologi Carbon Capture and Utilization mampu menjadi penghubung dalam produksi new and renewable energy yang berkelanjutan [2]. Pendekatan yang dapat dilakukan dalam implementasi Carbon Capture and Utilization Technologies berupa pemanfaatan karbon menjadi katalis Functional Carbon Materials (FCM). Katalis Functional Carbon Materials merupakan katalis asam heterogen yang baru-baru ini banyak dikembangkan. Katalis ini digunakan dalam reaksi kimia, khususnya dalam produksi aditif bahan bakar dan biofuel.

Katalis FCM bersumber dari selulosa yang dipreparasi menggunakan metode karbonisasi hidrotermal [3] Metode ini digunakan karena tidak memerlukan panas yang tinggi sehingga efisien secara energi. Karbonisasi hidrotermal dilakukan dalam reaktor autoclave dengan pemanasan menggunakan furnace. Melalui metode ini, gas buang hasil pembakaran karbon tidak akan terakumulasi ke atmosfer karena terperangkap di dalam reaktor. Hal tersebut dapat dilakukan dengan riset yang berfokus pada efektivitas penambahan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat yang mengandung gugus asam SO3H dan prekursor amonium format yang mengandung gugus amino. Pengaruh penambahan prekursor ini dapat dilihat dari konfigurasi skema pembuatan katalis yang mampu menghasilkan katalis dengan karakteristik (luas permukaan, ukuran dan distribusi pori, daya adsoprsi dan desorpsi) yang baik dan konsentrasi asam yang tinggi.

Riset yang dilakukan memiliki tujuan khusus yaitu mengetahui pengaruh penambahan asam 5-sulfosalisilat dihidrat dan amonium format terhadap karakteristik dan konsentrasi asam katalis FCM. Selain itu, mengetahui skema pembuatan katalis terbaik yang mampu menghasilkan luas permukaan dan konsentrasi asam yang tinggi. Manfaat dari riset ini yaitu agar memperoleh data dan informasi terkait efektivitas penambahan asam 5-sulfosalisilat dihidrat dan amonium format terhadap karakteristik dan konsentrasi asam katalis FCM. Selain itu, riset ini menjadi terobosan dalam pembuatan katalis menggunakan metode karbonisasi hidrotermal dengan temperatur yang lebih rendah jika dibandingkan dengan proses karbonisasi biasa sehingga menjadi tindak lanjut atas beragam riset teoritis pembuatan katalis berbasis karbon.

METODE

2.1 Alat

Alat utama yang digunakan dalam riset ini adalah reactor autoclave, furnace, ovem, dan hot plate. Sedangkan alat pendukung yang digunakan berupa gelas kimia, pipet, pengaduk, cawan penguap, labu Erlenmeyer, klep dan statif.

2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam riset ini adalah alfa-selulosa yang bersumber dari toko online yang ada di Indonesia. Asam 5-sulfosalisilat Dihidrat teknis yang diperoleh dari toko online di Indonesia. Amonium Format teknis yang diperoleh dari toko online di Indonesia. Bahan pendukung lainnya seperti NaOH 0,1 N, HCl 0,1 N, dan Indikator PP yang didapatkan dari toko bahan kimia di Bandung, Indonesia.

2.3 Prosedur

Riset ini dibagi ke dalam tiga tahap utama yaitu pembuatan katalis, analisis konsentrasi asam pada katalis, dan uji karakterisasi katalis.

Pembuatan Katalis

Pembuatan katalis dilakukan dengan menambahkan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat dan amonium format dengan membuat empat jenis katalis. Katalis FCM dibuat dengan karbonisasi hidrotermal (HTC) selulosa sebanyak 32 g dalam larutan berair 50 ml pada suhu 180°C selama 4 jam dengan proses pengadukan. Katalis yang dihasilkan, kemudian didinginkan sampai suhu kamar, disaring dan dicuci menggunakan etanol, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Katalis S-FCM, N-FCM, dan NS-FCM dibuat dengan komposisi dan kondisi operasi yang sama dengan katalis FCM. Akan tetapi, pada katalis S-FCM ditambahkan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat sebanyak 20 gram. Katalis N-FCM ditambahkan prekursor amonium format dan katalis NS-FCM ditambahkan kedua prekursor tersebut dengan komposisi yang sama.

Analisis Konsentrasi Asam Katalis

Selanjutnya, katalis yang telah dibuat dilakukan analisis konsentrasi asam dengan metode titrasi asam basa menggunakan larutan NaOH 0,1 N dan indikator PP.

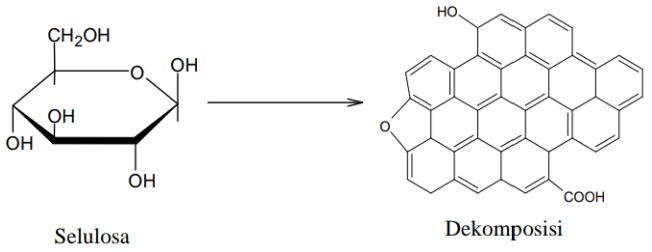
Karakterisasi Katalis

Uji karakterisasi katalis dilakukan meliputi uji FT-IR untuk mengetahui prekursor yang ditambahkan telah menempel pada katalis, dan uji BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan, daya adsorpsi dan desorpsi dari katalis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Katalis Functional Carbon Materials

Katalis Functional Carbon Materials atau bahan karbon fungsional (FCM) merupakan katalis asam heterogen yang dibuat melalui proses karbonisasi hidrotermal (HTC). Senyawa biomassa seperti hemiselulosa, selulosa dan lignin terdegradasi pada kisaran suhu 180-240°C, 230-310°C dan 300-400°C [4]. Selain itu, menurut hasil penelitian, selulosa dapat terurai pada suhu antara 125 sampai 200°C menjadi komponen yang lebih sederhana seperti glukosa, fenol, karbonil, difenol, formaldehida dan furfural. Skema dekomposisi senyawa yang terjadi pada proses karbonisasi hidrotermal dapat terdapat pada Gambar 1.



Gambar 1. Dekomposisi Selulosa

Pada percobaan yang dilakukan, bahan yang digunakan dalam pembuatan setiap katalis yaitu 32 gram selulosa dalam 50 ml aquades. Setelah dilakukan karbonisasi hidrotermal dihasilkan padatan katalis FCM sebanyak 28,30 gram dengan rendemen sebesar 34,51%. Pada katalis S-FCM ditambahkan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat sebanyak 20 gram dan menghasilkan padatan katalis sebanyak 23,11 gram dengan rendemen sebesar 22,55%. Pada katalis N-FCM ditambahkan prekursor amonium format dan menghasilkan padatan katalis sebanyak 29,00 gram dengan rendemen sebesar 31,52%. Pada katalis NS-FCM ditambahkan kedua prekursor tersebut dengan komposisi yang sama dan menghasilkan padatan katalis sebanyak 30,30 gram dengan rendemen sebesar 27,05%. Pada katalis NS-FCM mengandung gugus amino yang menjadi situs pengikatan (adsorpsi) dalam reaksi dan gugus SO3H yang menjadi situs katalitik untuk berlangsungnya reaksi esterifikasi [3]. Adapun katalis FCM dengan variasi penambahan prekursor yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 2. sebagai berikut:

Gambar 2. Katalis FCM dengan Variasi Penambahan Prekursor (a) Katalis FCM (b) Katalis N-FCM (c) Katalis N-FCM (d) Katalis NS-FCM

3.2 Konsentrasi Asam (*Total Acid*)

Konsentrasi asam (total acid) dalam katalis dihitung dengan menggunakan metode titrasi asam-basa. Analisis ini berfokus pada keberadaan kelompok gugus asam (acid groups). Total acid dalam katalis penting karena berperan sebagai sisi aktif reaksi dan membantu pergerakan katalis ke dalam campuran reaksi untuk meminimalkan hambatan perpindahan massa [5]. Nilai total acid yang besar mampu memberikan situs aktif yang besar untuk reaktan dapat terkonversi dengan cepat menjadi produk.

Sampel katalis FCM yang ditambahkan berbagai variasi prekursor masing-masing dilarutkan dalam 60 ml NaOH 0,1 N dan dilakukan pengadukan selama 30 menit. Kemudian, ditambahkan indikator PP sebelum dititrasi dengan larutan HCl 0,1 N [6]. Adapun data kosentrasi asam katalis hasil percobaan yang dibandingkan dengan penelitian sebelumnya tersaji dalam Tabel 1. sebagai berikut:

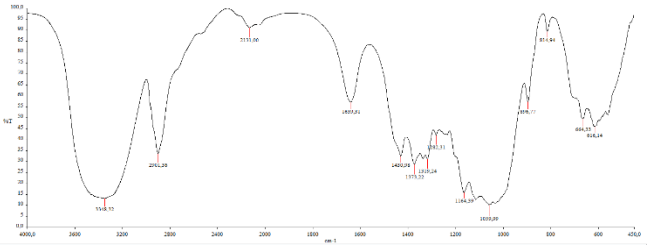
Tabel 1. *Total Acid* Katalis Hasil Percobaan

Katalis	Total Acid (mmol/g)	
	Data percobaan	Data Terdahulu
FCM	1,95	NA
S-FCM	4,05	3,54
N-FCM	1,85	1,90
NS-FCM	3,45	3,44

Berdasarkan Tabel 1., dapat diketahui bahwa konsentrasi asam hasil percobaan yang dilakukan dengan penelitian yang dilakukan Guo, dkk [3] menunjukkan hasil yang relatif sama. Hal tersebut dapat terjadi karena kondisi operasi yang digunakan sama yaitu pada suhu 180 °C, tetapi instrumen alat yang digunakan berbeda. Pada penelitian sebelumnya menggunakan oven yang memiliki ruang cukup luas sehingga proses pemanasan membutuhkan waktu yang relatif lebih lama. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan menggunakan furnace dengan ruang yang lebih kecil sehingga laju pemanasan lebih cepat sehingga memungkinkan gugus SO3H dan gugus amino menempel dengan kuat pada permukaan karbon.

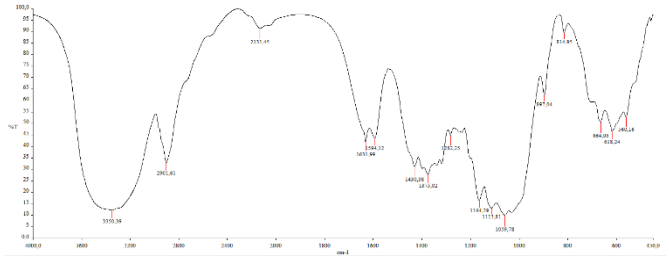
3.3 Hasil Pengujian FT-IR

Pengujian FT-IR (Fourier Transform Infrared) dilakukan untuk mengidentifikasi gugus karbon, gugus kelompok asam (COOH, SO_3H, OH), dan gugus amino pada katalis Functional Carbon Materials (FCM). Selain itu, pengujian FT-IR juga bertujuan untuk melakukan validasi bahwa prekursor yang ditambahkan ke dalam selulosa telah menempel pada katalis. Spektra yang dihasilkan berdasarkan hasil analisis sampel katalis Functional Carbon Materials (FCM) disajikan pada Gambar 3. sebagai berikut:



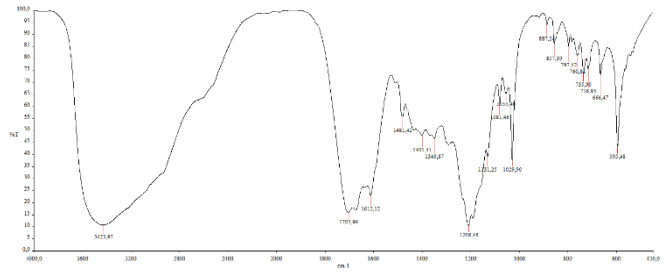
Gambar 3. Spektra Hasil Analisis Sampel Katalis FCM

Adapun spektra yang dihasilkan berdasarkan analisis sampel katalis N-FCM ditunjukkan pada Gambar 4. sebagai berikut:

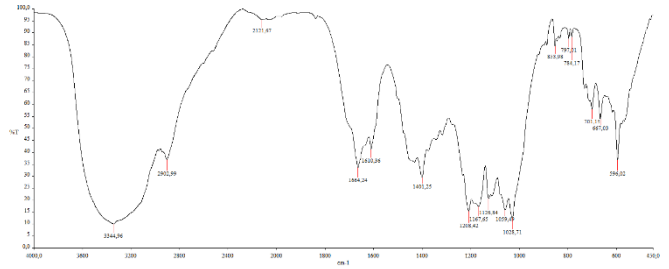


Gambar 4. Spektra Hasil Analisis Sampel Katalis N- FCM

Adapun spektra yang dihasilkan berdasarkan analisis sampel katalis S-FCM dan NS-FCM ditunjukkan pada Gambar 5. dan Gambar 6. sebagai berikut:



Gambar 1. Spektra Hasil Analisis Sampel Katalis S- FCM



Gambar 6. Spektra Hasil Analisis Sampel Katalis NS- FCM

Berdasarkan gambar diatas, spektra hasil analisis FT-IR menunjukkan bahwa sampel katalis yang dianalisis termasuk senyawa kompleks karena terdapat banyak puncak terdeteksi. Berdasarkan Gambar 3., sampel katalis *Functional Carbon Materials* (FCM) mengandung gugus OH yang ditunjukkan pada puncak 3348,32 cm^{-1} hingga 3423,97 cm^{-1} dan gugus COO^- yang ditunjukkan pada puncak N-FCM 1639,31 cm^{-1} hingga 1703,96 cm^{-1}. Pada Gambar 4. menunjukkan puncak katalis bernilai 814,95 cm^{-1}. Keberadaan gugus fungsi tersebut dapat disimpulkan karena adanya penambahan prekursor amonium format pada proses karbonisasi hidrotermal [7]. Pada Gambar 5. terdapat gugus sulfonat pada katalis S-FCM yang ditunjukkan pada puncak 1050,49 cm^{-1} dan 1131,25 cm^{-1}. Munculnya puncak pada rentang 1030 cm^{-1} hingga 1153 cm^{-1} mengidentifikasikan adanya ikatan O=S=O *symmetric stretching* dan SO_3 mode *stretching* dalam SO_3H [8]. Pada Gambar 6. mengidentifikasi adanya gugus CN pada katalis NS-FCM yang menunjukkan puncak pada 2121,47 cm^{-1}.

3.4 Hasil Uji BET

Pengujian BET dilakukan pada keempat produk katalis yaitu katalis FCM, S-FCM, N-FCM, dan NS-FCM. Hasil dari pengujian BET dapat dilihat pada Tabel 2. berikut:

Tabel 2. Hasil Uji BET

Katalis	Luas permukaan (mm^2/g)		Ukuran pori (nm)	
	Data percobaan	Data terdahulu (Guo dkk, 2020)	Data percobaan	Data terdahulu (Guo dkk, 2020)
FCM	3,9	NA	19,66	-
S-FCM	4,2	3,9	19,12	18,95
N-FCM	5,5	5,4	19,19	19,02
NS-FCM	10,1	11,2	18.67	18,77

Hasil BET meliputi luas permukaan, total volume pori, ukuran pori, dan rata-rata diameter pori, sedangkan untuk ukuran distribusi pori pada saat adsorbsi dan desorpsi menggunakan metode BJH. Perbedaaan antara metode BET dan BJH terletak pada nilai volume pori yang dihasilkan diantara kedua metode. Pada BET nilai volume pori yang digunakan adalah volume titik tunggal yang merupakan volume total kurang dari tekanan parsial terbesar, sedangkan pada BJH adalah nilai volume pori pada kisaran diameter pori [9]. Karakteristik katalis yang diharapkan harus memiliki luas permukaan, total volume pori dan ukuran volume pori yang besar. Diameter pori yang besar akan meningkatkan kemampuan adsorpsi dan desorpsi dari katalis tersebut [10].

Katalis NS-FCM menghasilkan luas permukaan yang paling besar yaitu 10,1 mm^2/g sehingga mampu memberikan situs aktif yang luas untuk reaktan bereaksi menjadi produk. Selain itu, katalis FCM yaitu katalis tanpa penambahan prekursor hanya mampu menyediakan luas permukaan sebesar 3,9 mm^2/g dengan ukuran pori sebesar 19,66 nm. Ukuran pori yang besar menjadi salah satu penyebab kecilnya luas permukaan katalis. Luas permukaan katalis yang kecil hanya mampu memfasilitasi reaktan untuk bereaksi menjadi produk dengan intensitas kontak yang singkat sehingga reaktan tidak dapat bereaksi menjadi produk dengan baik.

KESIMPULAN

Penelitian ini menghasilkan empat jenis katalis functional carbon materials dengan penambahan prekursor yang berbeda. Katalis S-FCM yang ditambahkan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat menghasilkan konsentrasi asam terbesar yaitu 4,05 mmol/g jika dibandingkan dengan katalis tanpa prekursor dan katalis yang ditambahkan prekursor amonium format dengan nilai masing-masing 1,95 mmol/g, 1,85 mmol/g, dan 3,45 mmol/g. Berdasarkan hasil uji FT-IR, katalis yang ditambahkan prekursor asam 5-sulfosalisilat dihidrat dan amonium format mengindikasikan adanya gugus sulfonat dan gugus amino yang telah menempel pada katalis. Hasil uji karakterisasi menggunakan uji BET menunjukkan bahwa katalis NS-FCM menghasilkan luas permukaan terbesar dan ukuran pori terkecil dengan nilai masing-masing 10,1 mm2/g dan 18,67 nm. Sedangkan katalis yang menghasilkan luas permukaan terkecil yaitu katalis FCM sebesar 3,9 mm2/g dengan ukuran pori sebesar 19,66 nm.

Dengan demikian, bahwa skema pembuatan katalis terbaik itu diperoleh ketika membuat katalis NS-FCM yakni katalis functional carbon material yang ditambahkan prekursor Asam 5-sulfosalisilat dihidrat dan amonium format yang ditinjau dari luas permukaan yang dihasilkan. Semakin

besar luas permukaan katalis maka semakin baik kualitas katalis untuk diaplikasikan dalam suatu reaksi atau proses kimia.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Direkorat Jenderal Pendidikan Tinggi (Ditjen Dikti) dan Politeknik Negeri Bandung yang telah mendanai penelitian ini dalam Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) – Riset Eksakta yang berjudul "Pengaruh Prekursor Asam 5-sulfosalisilat Dihidrat dan Amonium Format Terhadap Karakterisasi Katalis FCM Sebagai Implementasi *Carbon Capture and Utilization Technologies*", Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung yang telah memfasilitasi sehingga penelitian ini dapat berjalan, dan dosen pembimbing Alfiana Adhitasari, S.T., M.Eng yang telah memberikan saran dan masukan selama berlangsungnya kegiatan ini.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Kementerian ESDM. 2022. Tekan Emisi Karbon, Indonesia Naikkan Target ENDC Jadi 32 Persen. URL: https://migas.esdm.go.id/post/read/tekan-emisikarbon-indonesia-naikkan-target-e-ndc-jadi-32-persen. Diakses tanggal 24 Februari 2023.

[2] W.A. Prasetyo, dan J. Windarta, Pemanfaatan Teknologi Carbon Capture Storage (CCS) dalam Upaya Mendukung Produksi Energi yang Berkelanjutan. Jurnal Energi Baru & Terbarukan. 3(3): 231–238, 2022

[3] H. Guo, Y. Hirosaki, X. Qi, & R. Lee Smith, Synthesis of ethyl levulinate over amino-sulfonated functional carbon materials. Renewable Energy. 157: 951–958, 2020.

[4] W. Li, K. Yang, J. Peng, L. Zhang, S. Guo, dan X. Xia, Effects of carbonization temperatures on characteristics of porosity in coconut shell chars and activated carbons derived from carbonized coconut shell chars. Industrial Crops and Products, 28(2), 190–198, 2008.

[5] D. Deng, L. Huo, Y. Wang, & Y. Wang, Preparation of a Cellulase-imitated Solid Acid Catalyst with High Acid Density and Its Evaluation for Hydrolysis of Cellulose Preparation of a cellulase-imitated solid acid catalyst with high acid density and its evaluation for hydrolysis of cellulose 2, 2021.

[6] T.Z. Ee, Synthesis of Corncob Based Carbon Acid Catalyst by Arylation of 4-Benzenediazonium Sulfonate for Biodiesel Production, 2019.

[7] G. Shaheen, A. Ashfaq, T. Shamim, H.M. Asif, A. Ali, S.U. Rehman, dan L. Sumreen, Antioxidant, Antimicrobial, Phytochemical and FTIR Analysis of Peganum harmala (Fruit) Ethanolic Extract from Cholistan Desert, Pakistan. Dose-Response, 20(3), 2022.

[8] H. Ma, J. Li, W. Liu, B. Cheng, X. Cao, J. Mao, dan S. Zhu, Hydrothermal preparation and characterization of novel corncob-derived solid acid catalysts, 2014.

[9] V.D.B.C. Dasireddy, dan B. Likozar, The role of copper oxidation state in $Cu/ZnO/Al_2O_3$ catalysts in CO_2 hydrogenation and metanol productivity, Renewable Energy, 140, 452–460, 2019.

[10] M. Putri, Analisis Struktur Nano Batu Apung Lombok Menggunakan Metode BET (Brunauer-Emmett-Teller), Surabaya, 1– 63, 2017.