

## **PRAKATA**

### **Bismillahirrohmaanirrohiim**

Alhamdulillahirobbil'alamiin. Segala puji bagi Allah SWT atas segala rahmat dan pertolonganNya sehingga penelitian S3 dan penyusunan laporan disertasi ini akhirnya dapat diselesaikan. Rasa terima kasih yang tak terhingga saya sampaikan kepada :

1. Ibu Indriana Kartini, S.Si, M.Si., Ph.D. selaku promotr S3 dan Bapak Dr. Yateman Arryanto sebagai ko-promotor atas bimbingan dan segala arahan selama penelitian maupun penyusunan laporan disertasi
2. Bapak Prof. Drs. Mudasir, M.Eng., Ph.D., Bapak Dr. Sutarno, M.Si., Ph.D., Bapak Drs. Dwi Siswanta, M.Eng., Bapak Akhmad Syoufian,S.Si., Ph.D., Bapak Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D. (FMIPA UII), serta Bapak Ir. Imam Prasetyo, M.Eng, Ph.D. (FT UGM) sebagai tim penilai disertasi yang telah memberikan banyak saran dan masukan
3. Laboran dan analis (Bambang Aryanto dan Hadi Kurniawan) yang telah membantu penelitian di laboratorium Kimia UB
4. Bapak Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya yang telah memberikan dukungan dan doa untuk studi S3
5. Rekan-rekan S3, khususnya Amaria, Santi Nur Handayani, dan Endang Sulistyowati untuk saling membantu, saling mendukung, dan saling memberi semangat belajar satu sama lain hingga akhir studi
6. Seluruh keluarga terutama suami dan anak saya tercinta yang telah banyak berkorban serta doa selama studi S3
7. Semua pihak lain yang telah membantu selama studi S3

Segala masukan dan saran terhadap disertasi ini maupun penelitian lanjutan terkait disertasi ini sangat terbuka lebar. Semoga hasil penelitian ini bermanfaat bagi siapa saja yang membutuhkannya, serta dapat menjadi jalan ibadah yang diridloi oleh Allah SWT. Aamiin yaa robbal'alamiin.

Yogyakarta,1 Januari 2016

Penulis



## DAFTAR ISI

	Hal.
PRAKATA	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR LAMBANG DAN SINGKATAN	xii
INTI SARI	xiii
ABSTRACT	xiv
BAB I    PENDAHULUAN	1
1.1    Latar Belakang	1
1.2    Permasalahan	4
1.3    Tujuan Penelitian	5
1.4    Manfaat Penelitian	5
1.5    Keaslian dan Kedalaman	5
BAB II    TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1    Kajian Cetakan Pori dan Aktivator Kimia Karbon	8
2.1.1    Pembuatan karbon mesopori dengan cetakan tunggal (silika)	8
2.1.2    Pembuatan karbon mesopori dengan menggunakan kombinasi cetakan-aktivator kimia	10
2.1.3    Pembuatan karbon mesopori dengan cetakan ganda	11
2.1.4    Pembuatan karbon mesopori dengan aktivator kimia garam klorida	12
2.2    Kajian Gula Sebagai Prekursor Karbon	14
2.3    Kajian Keramik Seng Borat, Seng Silikat, dan Seng Borosilikat	16
2.4    Karakterisasi Karbon Mesopori	17
2.4.1    Porositas karbon mesopori	17
2.4.2    Morfologi permukaan karbon mesopori	18
2.4.3    Gugus fungsi permukaan karbon mesopori	19
2.4.4    Struktur kristal karbon mesopori	22
2.4.5    Sifat termal karbon mesopori	22
BAB III    LANDASAN TEORI, HIPOTESIS DAN RANCANGAN PENELITIAN	24

3.1	Landasan Teori	24
3.1.1	Metode sintesis karbon mesopori	24
3.1.2	Karamelisasi gula	27
3.1.3	Fisikokimia karbon mesopori	32
3.1.4	Fisikokimia garam klorida sebagai aktivator kimia karbon mesopori dan katalis karamelisasi	43
3.1.5	Fisikokimia silika sebagai prekursor cetakan karbon	45
3.1.6	Fisikokimia asam borat sebagai prekursor cetakan karbon	48
3.2	Hipotesis	50
3.3	Rancangan Penelitian	50
<b>BAB IV</b>	<b>METODE PENELITIAN</b>	<b>55</b>
4.1	Bahan penelitian	55
4.2	Peralatan Penelitian	55
4.3	Prosedur Penelitian	55
4.3.1	Sintesis pendahuluan karbon mesopori	55
4.3.2	Sintesis utama karbon mesopori	58
4.3.3	Sintesis keramik (pendukung)	61
4.4	Karakterisasi	61
4.5	Aplikasi Karbon Mesopori Untuk Adsorpsi	63
4.5.1	Adsorpsi sianokobalamin	63
4.5.2	Adsorpsi bovin serum albumin (BSA)	64
4.6	Metode analisis data	66
<b>BAB V</b>	<b>HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>	<b>67</b>
5.1	Kajian Pengaruh Temperatur Karbonisasi Terhadap Sifat Fisik dan Kimia Karbon Mesopori	67
5.1.1	Pengaruh temperatur karbonisasi terhadap sifat mesopori	67
5.1.2	Pengaruh temperatur karbonisasi terhadap gugus fungsi permukaan karbon mesopori	76
5.1.3	Pengaruh temperatur karbonisasi terhadap sifat kristal karbon mesopori	78
5.2	Kajian Pengaruh Komposisi ZBS Terhadap Sifat Fisik dan Kimia Karbon Mesopori	80
5.2.1	Pengaruh komposisi ZBS terhadap sifat mesopori karbon	80
5.2.2	Pengaruh komposisi ZBS terhadap gugus fungsi permukaan karbon mesopori	102
5.2.3	Pengaruh komposisi ZBS terhadap sifat kristal karbon mesopori	107
5.3	Perancangan tahapan reaksi pada sintesis karbon mesopori dari fruktosa dengan aktivator ZBS	114



5.4 Uji kemampuan adsorpsi karbon mesopori hasil sintesis dengan aktivator ZBS terhadap adsorbat bermolekul besar	120
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	126
DAFTAR PUSTAKA	127
LAMPIRAN	139

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Hal.
2.1 Struktur rantai poliborat yang mengikat ion $Zn^{2+}$ (Eltepe, 2004)	17
2.2 Contoh isoterm adsorpsi-desorpsi gas nitrogen dan distribusi ukuran pori karbon mikrobola (Li dkk., 2007)	18
2.3 Foto TEM karbon mesopori dari glukosa dengan cetakan pori silika dan aktivator $ZnCl_2$ (Zhao dkk., 2007)	18
2.4 Foto SEM karbon mikrobola hasil karbonisasi fruktosa secara hidrotermal oleh Luo dkk., 2005 (a) dan Ryu dkk., 2010 (b)	19
2.5 Spektra resin furfural aseton setelah proses <i>aging</i> dengan asam fosfat dan karbonisasi (Lun-Gang dkk., 2008)	20
2.6 Difraktogram karbon aktif yang disintesis dari bahan polimer (Zhu dkk., 2008)	22
2.7 Kurva TGA fluca flacida (Krzysińska dan Zachariasz, 2007)	23
2.8 Kurva DTA komponen kayu (Khezami dkk., 2005)	23
3.1 Skema sintesis grafit nanopartikel dari resorsinol dan formaldehid dengan katalis garam (Han dkk., 2003b)	25
3.2 Skema sistesis karbon mesopori dari sukrosa dengan cetakan pori silikagel (Han dkk., 2003)	26
3.3 Skema sintesis karbon mesopori dengan cetakan ganda borosilikat (Lee dkk., 2011)	27
3.4 Mekanisme reaksi fruktosa menjadi HMF (Huang dkk., 2009)	28
3.5 Mekanisme polimerisasi HMF menjadi resin karamel (Huang dkk., 2009)	29
3.6 Reaksi dehidrasi glukosa menjadi HMF dan rehidrasi HMF menjadi asam levulinat dan asam format sebagai bagian dari reaksi selulosa menjadi asam levulinat (Peng, 2010)	30
3.7 Mekanisme reaksi hidrólisis HMF menjadi asam format dan asam levulinat (Girisuta, 1975)	31
3.8 Reaksi konversi sukrosa menjadi HMF dengan katalis garam klorida dan amonium klorida (Wang dkk., 2012)	31
3.9 Tipe isoterm adsorpsi menurut IUPAC (Lowell dkk, 2004)	33
3.10 Klasifikasi tipe histeresis oleh IUPAC (Kaneko, 1994)	33
3.11 Proses adsorpsi-desorpsi dalam pori tunggal bentuk silinder pada daerah mesopori	34
3.12 Pola kurva t-plot padatan non pori dan berpori	39
3.13 Struktur kristal grafit (Rampe dkk., 2010)	40
3.14 a) model karbon berdasarkan Foto HRTEM (Harris, 2005), b) model struktur grafen pada karbon turbostratik (Pierson, 1993), c) Pita grafen ideal (G) dan grafen cacat (D) pada spektra raman karbon grafit dan karbon aktif (Chu dan Li, 2006)	41



3.15	Struktur grafen dan gugus fungsi permukaan pada karbon aktif (Khan, 2003)	43
3.16	Macam–macam silanol pada permukaan silika (Zhuravlev, 2000)	46
3.17	Pengaruh pH terhadap laju pelarutan dan kondensasi silikat dalam pelarut air (Brinker, 1988)	47
3.18	Distribusi silikat terlarut pada berbagai pH (Jansen, 1992)	47
3.19	Struktur ion borat dan poliborat (Gonen, 2009; Becket dkk., 2013)	49
3.20	Reaksi antara asam borat dengan gugus hidroksida pada senyawa organik (Panahi dkk., 2009)	49
3.21	Rancangan penelitan secara garis besar	52
3.22	Rancangan penelitian pendahuluan	53
3.23	Rancangan penelitian utama	54
5.1	Kurva isotherm adsorpsi desorpsi karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai temperatur karbonisasi	68
5.2	Nilai volume mesopori (berdasarkan data adsorpsi dan desorpsi gas nitrogen) karbon hasil sintesis dari fruktosa dan aktivator ZBS dengan berbagai temperatur karbonisasi (350-750 °C)	70
5.3	Kurva distribusi ukuran pori karbon hasil sintesis pada berbagai temperatur karbonisasi (350-750 °C) berdasarkan: a) data adsorpsi dan b) data desorpsi	71
5.4	Difraktogram ZBS hasil sintesis pada berbagai temperatur kalsinasi: a) 350 °C, b) 450 °C, c) 550 °C, d) 650 °C, e) 750 °C, (ZB = $Zn_3B_2O_6$ ; ZS = $Zn_2SiO_4$ ; angka dalam kurung menyatakan hkl)	74
5.5	Foto TEM karbon mesopori dari fruktosa dengan temperatur karbonisasi 450 °C	75
5.6	Spektra FTIR karbon mesopori dari fruktosa dengan aktivator ZBS dan pada berbagai temperatur karbonisasi: a) 350 °C, b) 450 °C, c) 550 °C, d) 650 °C, dan e) 750 °C	77
5.7	Difraktogram sinar-X karbon mesopori dari fruktosa dengan aktivator ZBS pada berbagai temperatur karbonisasi: a) 350 °C, b) 450 °C, c) 550 °C, d) 650 °C, dan e) 750 °C	78
5.8	Kurva isotherm adsorpsi–desorpsi karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa $SiO_2$ /fruktosa (S0 hingga S4) dalam ZBS	81
5.9	Kurva volume pori karbon mesopori hasil sintesis dari fruktosa dengan aktivator ZBS pada berbagai perbandingan massa $SiO_2$ /fruktosa (S0 hingga S4) dan karbonisasi 450 °C	82
5.10	Kurva distribusi ukuran pori berdasarkan data isotherm adsorpsi dan desorpsi karbon pada berbagai perbandingan massa $SiO_2$ /fruktosa (S0 hingga S4) pada temperatur karbonisasi 450 °C	83



5.11	Kurva isoterm adsorpsi–desorpsi karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa asam borat/fruktosa (B0 hingga B3,7)	86
5.12	Kurva volume mesopori karbon hasil sintesis dengan berbagai perbandingan massa asam borat/fruktosa pada temperatur karbonisasi 450 °C	87
5.13	Kurva distribusi ukuran pori karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa asam borat/fruktosa (B0 hingga B3,7) berdasarkan: a) data adsorpsi dan b) data desorpsi	89
5.14	Isoterm adsorpsi–desorpsi mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa (Z0 hingga Z3)	91
5.15	Kurva volume pori karbon hasil sintesis dengan berbagai perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa (Z0 hingga Z3)	91
5.16	Kurva distribusi ukuran pori karbon hasil sintesis dengan aktivator ZBS pada berbagai perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa fruktosa (Z0 hingga Z3) berdasarkan data: a) adsorpsi dan b) desorpsi	93
5.17	Foto TEM karbon mesopori hasil sintesis dari fruktosa dengan aktivator ZBS pada temperatur 450 °C dengan perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa masing-masing sebesar: a) Z0 dan b) Z1	94
5.18	Foto TEM keramik ZBS-Z1	95
5.19	Model pembentukan mesopori karbon oleh keramik ZBS dengan fruktosa sebagai prekursor karbon	95
5.20	Foto SEM karbon hasil sintesis dari fruktosa dengan aktivator ZBS dan perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa sebesar 1 (Z1) pada temperatur karbonisasi 450 °C	97
5.21	Distribusi ukuran pori karbon mesopori hasil sintesis dari fruktosa dengan aktivator ZS (seng silikat) dan ZB (seng borat) berdasarkan: a) data adsorpsi, b) data desorpsi	99
5.22	Foto TEM karbon hasil sintesis dari fruktosa dengan aktivator seng silikat (ZS) dan seng borat (ZB)	100
5.23	Difraktogram seng borat (ZB) dan seng silikat (ZS)	101
5.24	Spektra FTIR karbon mesopori dari fruktosa dengan aktivator ZBS pada berbagai perbandingan massa SiO <sub>2</sub> /fruktosa: a) S0, b) S1 c) S2, d) S3, dan e) S4	103
5.25	Spektra FTIR karbon mesopori dari fruktosa dengan aktivator ZBS pada berbagai perbandingan massa asam borat/fruktosa sebesar : a) B0, b) B1,2, c) B1,8, dan d) B2,5	105
5.26	Spektra FTIR karbon hasil sintesis dari fruktosa dan aktivator ZBS pada berbagai perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa: a)Z0, b) Z1 c) Z2, dan d) Z3	106
5.27	Difraktogram karbon mesopori hasil sintesis pada temperatur karbonisasi 450 °C dan berbagai perbandingan massa SiO <sub>2</sub> /fruktosa: a) S0, b) S1, c) S2, d) S3, dan e) S4	108



5.28	Difraktogram sinar-X karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa $H_3BO_3$ /fruktosa: a) B0, b) B1,2, c) B2,5, dan e) B 3,7	110
5.29	Difraktogram karbon mesopori dari fruktosa dengan aktivator ZBS pada berbagai perbandingan massa $ZnCl_2$ /fruktosa: a) Z0, b) Z1, c) Z2, dan d) Z3	112
5.30	Mode difraksi karbon hasil sintesis pada temperatur 450 °C dan perbandingan massa $ZnCl_2$ /fruktosa sebesar 1(Z1)	113
5.31	Perubahan massa dan energi pada proses karbonisasi karamel-Z1	115
5.32	Perubahan warna dari karamel menjadi karbon selama karbonisasi karamel-Z1: a) karamel-Z1, b) karamel hasil pemanasan hingga 270 °C selama 5 menit, c) karamel hasil pemanasan hingga 450 °C, d) karbon hasil pemanasan hingga 450 °C selama 0,5 jam, e) karbon hasil pemanasan hingga 450 °C selama 1 jam, dan f) karbon hasil pemanasan hingga 450 °C selama 1,5 jam	116
5.33	Spektra FTIR karamel (a) dan karbon mesopori (Z1) hasil reaksi karbonisasi hingga tercapai temperatur 270 °C 5 menit (b), 450 °C 0 jam (c), 450 °C 0,5 jam (d), 450 °C 1,0 jam (e), 450 °C 1,5 jam (f), dan 450 °C 2 jam (g)	117
5.34	Tahapan reaksi karbonisasi karamel-Z1	119
5.35	Nilai adsorpsi bovin serum albumin dan sianokobalamin oleh berbagai karbon	121
5.36	Distribusi volume pori karbon dari fruktosa dengan aktivator ZBS (karbon-ZBS) dan aktivator $ZnCl_2$ (karbon-Z) berdasarkan: a) data adsorpsi gas nitrogen, b) data desorpsi gas nitrogen	122
5.37	Spektra FTIR karbon-Z sebelum adsorpsi	123
5.38	Spektra FTIR karbon-ZBS: a) sebelum adsorpsi, b) setelah adsorpsi BSA, dan c) setelah adsorpsi sianokobalamin	124



## DAFTAR TABEL

Tabel		Hal.
2.1	Data spektra FTIR terkait ikatan C=C aromatis karbon	20
2.2	Data spektra FTIR pembanding terkait ikatan O-H pada karbon	21
2.3	Data spektra FTIR pembanding terkait ikatan C=O pada karbon	21
2.4	Data spektra FTIR pembanding terkait ikatan C-O pada karbon	21
3.1	Data fisikokimia beberapa kation logam terkait peranannya sebagai katalis karamelisasi	44
3.2	Data fisikokimia garam klorida terkait proses karbonisasi	45
4.1	Komposisi massa fruktosa dan aktivator karbonisasi	57
4.2	Komposisi larutan baku sianokobalamin	63
4.3	Komposisi larutan baku BSA	65
5.1	Data pori dan luas muka aktivator ZBS hasil sintesis pada temperatur kalsinasi berbeda	74
5.2	Data derajat grafitisasi karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai temperatur karbonisasi	79
5.3	Data derajat grafitisasi karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa SiO <sub>2</sub> /fruktosa	108
5.4	Data derajat grafitisasi karbon mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan massa H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> /fruktosa	111
5.5	Data derajat grafitisasi karbon hasil sintesis dari fruktosa pada berbagai perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa	112
5.6	Data kandungan cairan tar yang dilepaskan pada temperatur 450 °C pada proses karbonisasi karamel-Z1	118
5.7	Data kandungan gas yang dilepaskan pada temperatur 270 °C pada proses karbonisasi karamel-Z1	118
5.8	Data kandungan gas yang dilepaskan pada temperatur 450 °C selama proses karbonisasi karamel-Z1	118



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Hal.
1	Contoh Perhitungan	139
2	Data penelitian pendahuluan kajian prekursor	146
3	Data penelitian pendahuluan kajian aktivator	148
4	Data penelitian pendahuluan kajian teknik karamelisasi	151
5	Data penelitian pendahuluan kajian temperatur karamelisasi	154
6	Data penelitian kajian temperatur karbonisasi	157
7	Data penelitian kajian perbandingan massa SiO <sub>2</sub> /fruktosa	165
8	Data kajian perbandingan massa H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> /fruktosa	171
9	Data kajian perbandingan massa ZnCl <sub>2</sub> /fruktosa	175
10	Peranan kristal seng silikat dan seng borat dalam ZBS sebagai pembentuk mesopori	181
11	Kajian penentuan tahap karbonisasi	183
12	Data penelitian uji adsorpsi karbon mesopori	185
13	Data difraktogram standar	191



## DAFTAR LAMBANG DAN SINGKATAN

$V_{\text{meso}}$	:	Volume mesopori
$S_{\text{meso}}$	:	Luas permukaan mesopori
$S_{\text{BET}}$	:	Luas permukaan BET
BET	:	Brunauer Emmet Teller
POD	:	Pierce Orr Dalla Valle
TEOS	:	Tetra Etil Orto Silikat
$V_{\text{mikro}}$	:	Volume mikropori
$V_{\text{makro}}$	:	Volume makropori
BSA	:	Bovin serum albumin
$V_p$	:	Volume pori
$D_{\text{maks}}$	:	Diameter pori maksimum
PSD	:	Pore Size Distribution
ZB	:	<i>Zinc borate</i> (seng borat)
ZS	:	<i>Zinc silicate</i> (seng silikat)
ZBS	:	<i>Zinc borosilicate</i> (seng borosilikat)
HMF	:	5-hidroksimetil furfural
BJH	:	Barrett, Joyner and Halenda
NLDFT	:	Non-Local Density Functional Theory
QSDFT	:	Quenched Solid Density Functional Theory



UNIVERSITAS  
GADJAH MADA

**Sintesis Karbon Mesopori dari Fruktosa Dengan Menggunakan Aktivator Seng Borosilikat**  
TUTIK SETIANINGSIH, Dr.Indriana Kartini; Dr. Yateman Arryanto

Universitas Gadjah Mada, 2016 | Diunduh dari <http://etd.repository.ugm.ac.id/>