

INTISARI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KARBON MESOPORI DARI GELATIN TULANG SAPI SERTA APLIKASINYA SEBAGAI ADSORBEN DIBENZOTIOFEN

Oleh:
Maria Ulfa
12/339970/SPA/0443

Karbon mesopori merupakan material yang menarik karena memiliki struktur pori yang teratur, luas permukaan tinggi, diameter pori besar, inert dan stabilitas termal tinggi. Sintesis karbon mesopori menggunakan gelatin sebagai prekursor karbon pada penelitian terdahulu menghasilkan produk dengan parameter tekstural yang rendah. Penelitian ini bertujuan mensintesis karbon mesopori yang memiliki parameter tekstural yang lebih baik dari penelitian sebelumnya menggunakan gelatin sebagai prekursor karbon dan SBA-15 sebagai cetakan padat (*hard template*). Karbon mesopori selanjutnya diaplikasikan dalam adsorpsi dibenzotiofen.

Penelitian ini terbagi dalam 3 tahap. Pertama, penelitian ini melakukan proses ekstraksi gelatin dari tulang sapi menggunakan perlakuan kombinasi asam dan basa dengan variasi waktu, konsentrasi asam dan temperatur. Karakterisasi spektrofotometer FTIR, SEM-EDAX, DTA-DSC, dan elektroforesis dilakukan pada gelatin hasil ekstraksi. Kedua, penelitian ini melakukan sintesis karbon mesopori dengan melalui impregnasi berurutan. Gelatin sebagai prekursor karbon diinfiltrasikan ke pori SBA-15 lalu dikarbonisasi pada 110 °C dan 160 °C masing-masing selama 7 jam lalu dipirolisis pada 900 °C selama 3 jam di bawah aliran gas argon. Karakterisasi karbon mesopori dilakukan dengan SAXRD, SAXS, TEM, DTA/DSC, spektrofotometer FTIR dan analisis luas permukaan. Satu seri karbon mesopori disintesis dengan variasi: jumlah gelatin terhadap SBA-15, rasio berat gelatin terhadap asam sulfat, variasi impregnasi gelatin, dan variasi konsentrasi, waktu dan suhu dalam pelepasan cetakan. Terakhir, karbon mesopori digunakan dalam adsorpsi dibenzotiofen (DBT) dan selanjutnya diregenerasi.

Gelatin hasil ekstraksi pada kondisi optimum memiliki berat molekul 90-110 kDa dengan kandungan karbon 48% dan nitrogen 15%. Karbon mesopori pada kondisi optimum memiliki luas permukaan 756 m²/g, total volume pori 0,999 cm³/g, rasio mesopori terhadap pori total sebesar 81%, distribusi ukuran pori berpuncak pada 4,06 nm dengan susunan struktur tubular heksagonal. Kesetimbangan adsorpsi diperoleh dalam 70 menit dengan kapasitas adsorpsi maksimum DBT sebesar 66,6 mg/g. Kinetika adsorpsi mengikuti persamaan laju orde dua semu. Perubahan energi bebas Gibbs -14,8 kJ mol⁻¹ yang mengindikasikan adsorpsi spontan. Pemanasan adalah metode terbaik untuk meregenerasi karbon mesopori dan menghasilkan kapasitas adsorpsi setelah siklus regenerasi berturut-turut 84%, 56% and 48%.

Kata kunci : adsorpsi, gelatin, karbon mesopori, dibenzotiofen

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MESOPOROUS CARBON FROM GELATIN OF COW BONE AND ITS APPLICATION AS DIBENZOTHIOPHENE ADSORBENT

By:

Maria Ulfa

12/339970/SPA/0443

Mesoporous carbon is interesting materials due to their unique properties such as regular mesoporous pore structure, large surface area, pore diameter, inert and high thermal stability. Synthesis of mesoporous carbon by using gelatin as carbon precursor on previous research has resulted in the low textural parameter product. The aim of this work was to synthesis mesoporous carbon with better textural parameter than previous research by using gelatin as carbon precursor and SBA-15 as hard template. The next work was application of mesoporous carbon in dibenzothiophene adsorption.

The research was separated into 3 steps. Step 1 described extraction of gelatin derived from bones of cow by a sequential extraction process using the combination of alkali and acid pretreatment at various time, acid concentration and temperature extraction. FTIR spectrophotometer, SEM-EDAX, DTA-DSC, and electrophoresis were conducted on the gelatins extracted. Step 2 described the synthesis of mesoporous carbon by sequential impregnation of hard template from gelatin as the carbon precursor. Gelatin was infiltrated onto SBA-15 template at sequence carbonisation step at 110 and 160 °C for 7 h then pyrolysed at 900 °C for 3 h under argon atmosphere. The mesoporous carbon materials were characterised by SAXRD, SAXS, TEM, DTA/DSC, FTIR spectrophotometer and surface area analysis. The series of the mesoporous carbon samples was prepared by varying amount of gelatin to SBA-15, the ratio of gelatin-to-sulfuric acid, impregnation step, temperature, time and HF concentration of the template removal. In the last step, mesoporous carbon was used as adsorbent of dibenzothiophene (DBT).

Gelatins extracted at the optimum condition had molecular weight at 90-110 kDa with containing carbon and nitrogen of 48 and 15%, respectively. The best mesoporous carbon at optimum condition had a surface area of 756 m²/g, total pore volume of 0.999 cm³/g, mesoporous ratio to total pore of 81% and narrow pore size distribution at peak of 4.06 nm with hexagonally packed tubular structure. The equilibrium was obtained within 70 min with the maximum adsorption capacity of DBT by mesoporous carbon was 66.6 mg/g at pseudo second order. The change of Gibbs free energy of -14.8 kJ mol⁻¹ indicated the spontaneous adsorption. The heating process is the best way to regenerate mesoporous carbon materials. The regenerated adsorbent by heating process resulted in adsorption capacity after regeneration cycles of 84, 56 and 48%, respectively.

Keywords: adsorption, dibenzothiophene, gelatin, mesoporous carbon