

**MODIFIKASI KATALIS TiO<sub>2</sub> DIDUKUNG KARBON AKTIF TULANG  
IKAN TERSULFONASI UNTUK OKSIDASI STIRENA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NABILA NUR AGUSTI  
NIM. 17630047**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**MODIFIKASI KATALIS TiO<sub>2</sub> DIDUKUNG KARBON AKTIF TULANG  
IKAN TERSULFONASI UNTUK OKSIDASI STIRENA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NABILA NUR AGUSTI  
NIM. 17630047**

**Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**MODIFIKASI KATALIS TiO<sub>2</sub> DIDUKUNG KARBON AKTIF TULANG IKAN TERSULFONASI UNTUK OKSIDASI STIRENA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NABILA NUR AGUSTI  
NIM. 17630047**

**Telah diperiksa dan disetujui oleh :**

**Pembimbing I**



**Dr. Anton Prasetyo, M.Si  
NIP. 197709252006041003**

**Pembimbing II**



**Rif'atul Mahmudah, M. Si  
NIDT. 19830125201608012068**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi Kimia**



**Rachmayati Wingsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**MODIFIKASI KATALIS TiO<sub>2</sub> DIDUKUNG KARBON AKTIF TULANG  
IKAN TERSULFONASI UNTUK OKSIDASI STIRENA**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NABILA NUR AGUSTI  
NIM. 17630047**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**Tanggal:**

**Penguji Utama : Dr. Hj. Akyunul Jannah, M.P  
NIP. 19750410200501 2 009**

**Anggota Penguji I : Vina Nurul Istighfarini, M.Si  
LB. 63025**

**Anggota Penguji II : Dr. Anton Prasetyo, M.Si  
NIP. 19770925200604 1 003**

**Anggota Penguji III : Rif'atul Mahmudah, M.Si  
NIDT. 1983012520608012068**

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi Kimia**

  
**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811200801 2 010**

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

NIM : 17630047  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul : Modifikasi Katalis  $\text{TiO}_2$  Didukung Karbon Aktif Tulang Ikan Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa Skripsi yang saya tulis ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplikan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut

Yang membuat pernyataan  
Malang, 27 Juni 2022



Nabila Nur Agusti  
NIM. 17630047

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nyasehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi dengan judul “Modifikasi Katalis  $\text{TiO}_2$  Didukung Karbon Aktif Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena”. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad saw. yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan Islam. Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penyusunan skripsi ini baik dari segi material maupun materiil. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Ibu, Ayah, dan keluarga tercinta yang senantiasa memberi dukungan.
2. Bapak Dr. Anton Prasetyo selaku pembimbing utama yang banyak memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
3. Ibu Rif'atul Mahmudah, M. Si., selaku pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini
4. Seluruh dosen jurusan kimia fakultas sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah sabar mengajar dan mendidik penulis selama masa perkuliahan.
5. Teman-teman Kimia 2017, dan semua teman yang telah membantu dalam menyelesaikan proposal penelitian ini.

Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Penulis mengharap kritik dan saran yang membangun demi

perbaikan dari naskah ini, sehingga nantinya penelitian ini bisa memberikan manfaat khususnya bagi penulis. Jazakumullahu Khoir.

Malang, 24 Mei 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSETUJUAN.....	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS KARYA.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
ABSTRAK.....	xii
ABSTRACT.....	xiii
مُسْتَخْلَصُ الْبَحْثِ.....	xiv

### BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	5
1.3. Tujuan Penelitian.....	5
1.4. Batasan Masalah.....	5
1.5. Manfaat Penelitian.....	6

### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Katalis.....	7
2.2. Titanium Oksida (TiO <sub>2</sub> ).....	8
2.3. Material Pendukung ( <i>Supporting Material</i> ) untuk Katalis.....	11
2.4. Karbon Aktif.....	13
2.5. Modifikasi Katalis TiO <sub>2</sub> dengan Pendukung Karbon Aktif.....	20
2.6. Oksidasi Stirena.....	22

### BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	25
3.2. Alat dan Bahan.....	25
3.2.1. Alat.....	25
3.2.2. Bahan.....	25
3.3. Tahapan Penelitian.....	26
3.4. Prosedur Kerja.....	26
3.4.1. Penyiapan Bahan Mentah dan Pembuatan Serbuk Tulang Ikan..	26
3.4.2. Karbonisasi Serbuk Tulang Ikan.....	26
3.4.3. Sulfonasi Karbon Tulang Ikan.....	27
3.4.4. Impregnasi Karbon Tulang Ikan.....	27
3.4.5. Karakterisasi Katalis Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi.....	27
3.4.5.1. Karakterisasi Katalis dengan FTIR.....	27
3.4.5.2. Karakterisasi Katalis dengan XRD.....	27
3.4.5.3. Karakterisasi Katalis dengan SEM.....	28
3.4.5.4. Karakterisasi Katalis dengan BET.....	28

3.4.6. Pengujian Katalis Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi.....	28
---	----

#### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1. Preparasi Sampel.....	30
4.2. Karakterisasi Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi Menggunakan FTIR.....	32
4.3. Karakterisasi Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X .....	34
4.4. Karakterisasi Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX).....	35
4.5. Kajian Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi dengan Isoterm Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen.....	37
4.6. Uji Aktivitas Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena.....	39
4.7. Modifikasi Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena dalam Perspektif Islam.....	40

#### **BAB V PENUTUP**

5.1. Kesimpulan.....	44
5.2. Saran.....	44

<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>45</b>
----------------------------	-----------

<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>50</b>
----------------------	-----------

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Kerja Modifikasi Katalis TiO <sub>2</sub> Didukung Karbon Tersulfonasi.....	50
Lampiran 2 Rancangan Penelitian.....	52
Lampiran 3 Perhitungan Preparasi Bahan.....	53
Lampiran 4 Data Pengamatan dan Hasil Perhitungan.....	56
Lampiran 5 Dokumentasi.....	67

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur senyawa TiO <sub>2</sub> (a) anatase, (b) rutile dan (c) brookite.....	9
Gambar 2.2 Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> fase (a) anatase, (b) anatase-rutile dan (c) rutile.....	10
Gambar 2.3 Karakterisasi SEM karbon aktif (Somsesta, dkk., 2020).....	14
Gambar 2.4 Karakterisasi SEM-EDX TiO <sub>2</sub> /CFB (Nurhadi, dkk., 2021).....	15
Gambar 2.5 Spektra FTIR dari (a) CFB, (b) CuO, (c) Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , (d) TiO <sub>2</sub> , (e) Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /CFB, (f) CuO/CFB dan (g) TiO <sub>2</sub> /CFB (Nurhadi, dkk., 2021).....	17
Gambar 2.6 Tipe isoterm adsorpsi (Xu, dkk., 2020).....	18
Gambar 2.7 Tipe <i>loop</i> histeresis dan bentuk pori yang sesuai (Xu, dkk., 2020)..	19
Gambar 2.8 Isoterm fisisorpsi (a) CFB, (b) Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /CFB, (c) CuO/CFB dan (d) TiO <sub>2</sub> /CFB. (Nurhadi, dkk., 2021).....	19
Gambar 2.9 Ilustrasi modifikasi TiO <sub>2</sub> diimpregnasi ke karbon tersulfonasi.....	21
Gambar 2.10 Pola XRD senyawa (a) Batubara, (b) SO <sub>3</sub> H/Batubara, (c) Ti(500)-SO <sub>3</sub> H/Batubara, (d) Ti(1000)-SO <sub>3</sub> H/Batubara, (e) Ti(1500)-SO <sub>3</sub> H/Batubara, (f) Ti(2000)-SO <sub>3</sub> H/Batubara dan (g) Ti(2500)-SO <sub>3</sub> H/Batubara.....	21
Gambar 2.11 Mekanisme reaksi oksidasi stirena dengan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , menggunakan asetonitril.....	24
Gambar 4.1 Perubahan warna serbuk tulang ikan sebelum dan sesudah dikarbonasi.....	31
Gambar 4.2 Spektra FTIR dari (a) CFB500, (b) SCFB500, (c) TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500, (d) TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500 dan (e) TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500.....	33
Gambar 4.3 Difraktogram XRD dari (a) CFB500, (b) SCFB500, (c) TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500, (d) TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500 dan (e) TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500.....	35
Gambar 4.4 Karakterisasi SEM dari (a) CFB500, (b) SCFB500, (c) TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500, (d) TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500 dan (e) TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500.....	36
Gambar 4.5 Isoterm fisisorpsi (a) CFB500 dan (b) TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500.....	38
Gambar 4.6 Perbandingan kinerja katalitik (a) tanpa katalis, (b) TiO <sub>2</sub> , (c) CFB500, (d) SCFB500, (e) TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500, (f) TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500 dan (g) TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500.....	40

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Kode dan perlakuan pada sampel.....	31
Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR yang terdapat pada (a) CFB500, (b) SCFB500, (c) TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500, (d) TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500 dan (e) TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500.....	32
Tabel 4.3 Komposisi unsur-unsur penyusun katalis TiO <sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan tersulfonasi.....	37
Tabel 4.4 Luas permukaan BET, volume pori, dan ukuran pori rata-rata katalis..	39

## ABSTRAK

Agusti, N. N. 2021. **Modifikasi Katalis TiO<sub>2</sub> Didukung Karbon Aktif Tulang Ikan Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena**. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo M.Si; Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si

---

**Kata Kunci:** karbon, katalis, oksidasi stirena, TiO<sub>2</sub>

Senyawa TiO<sub>2</sub> telah dikenal luas dapat mengkatalis berbagai reaksi sintesis organik diantaranya, benzaldehid, biodiesel, proses pemurnian minyak bumi, esterifikasi asam lemak bebas dan transesterifikasi minyak. Salah satu cara untuk meningkatkan kinerja TiO<sub>2</sub> adalah dengan memberikan material pendukung seperti karbon. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui morfologi dan aktivitas katalisis dari katalis TiO<sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan tersulfonasi. Metode sulfonasi mengaktifasi permukaan karbon dan metode impregnasi mengembankan TiO<sub>2</sub> pada karbon. Hasil modifikasi dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, XRD, SEM-EDX dan isoterm adsorpsi. Uji aktivitas katalis menggunakan instrumen GC-MS. Spektra FTIR menunjukkan adanya hidroksiapatit yang ditunjukkan pada bilangan gelombang 1050-1300 dan 1094 cm<sup>-1</sup>. Gugus sulfat hasil sulfonasi ditunjukkan pada bilangan gelombang 1179 dan 1030 cm<sup>-1</sup>. Difraktogram seluruh sampel menunjukkan puncak difraksi yang sama pada  $2\theta = 25,8; 32,0; \text{ dan } 39,5^\circ$ , yang menunjukkan adanya hidroksiapatit. Sedangkan pada katalis yang diimpregnasi TiO<sub>2</sub> memiliki puncak difraksi yang sama pada  $2\theta = 31,7; 54,0; \text{ dan } 55,2^\circ$ , yang mengidentifikasi adanya TiO<sub>2</sub>. Mikrograf SEM menunjukkan bahwa sulfonasi dapat merubah morfologi partikel menjadi kubus dan permukaan yang kasar setelah diimpregnasi TiO<sub>2</sub>. Data isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen menunjukkan semua isoterm sampel adalah tipe IV dan memiliki mesopori yang seragam. Sedangkan pada uji aktivitas katalis, oksidasi stirena menggunakan katalis TiO<sub>2</sub> dengan pendukung menunjukkan aktivitas katalis yang lebih tinggi dibandingkan katalis TiO<sub>2</sub> murni dan karbon pendukung saja.

## ABSTRACT

Agusti, N. N. 2021. **Modification of TiO<sub>2</sub> Catalyst Supported by Sulfonated Fishbone Activated Carbon for Styrene Oxidation.** *Thesis.* Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. 1<sup>st</sup> Advisor: Dr. Anton Prasetyo M.Si; 2<sup>nd</sup> Advisor: Rifatul Mahmudah, M. Si

---

**Keywords:** *carbon, catalyst, styrene oxidation, TiO<sub>2</sub>*

TiO<sub>2</sub> compounds have been widely known as photocatalyst materials. In addition, TiO<sub>2</sub> can also catalyze various organic synthesis reactions, including benzaldehyde, biodiesel, petroleum refining processes, free fatty acid esterification, and oil transesterification. One way to improve the performance of TiO<sub>2</sub> is to provide a supporting material such as carbon. This study aims to determine the morphology and catalytic activity of TiO<sub>2</sub> catalyst supported by sulfonated fishbone carbon. The sulfonation method activates the carbon surface and the impregnation method develops TiO<sub>2</sub> on carbon. The modified results were characterized using (a) Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), (b) X-ray Diffraction (XRD), (c) Scanning Electron Microscope (SEM), and Brunauer-Emmet-Teller (BET). FTIR spectra showed the presence of hydroxyapatite indicated at wave numbers 1050-1300 and 1094 cm<sup>-1</sup>. The sulfate groups resulting from the sulphonation are shown at wave numbers 1179 and 1030 cm<sup>-1</sup>. The diffractogram of all samples shows the same diffraction peaks at  $2\theta = 25.8; 32.0; \text{ and } 39.5^\circ$ , indicating the presence of hydroxyapatite. Meanwhile, the impregnated TiO<sub>2</sub> catalyst has the same diffraction peak at  $2\theta = 31.7; 54.0; \text{ and } 55.2^\circ$ , which identified the presence of TiO<sub>2</sub>. SEM micrographs show that sulfonation can change the particle morphology into cubes and a rough surface after being impregnated with TiO<sub>2</sub>. The nitrogen adsorption-desorption isotherm data showed that all sample isotherms were type IV and had uniform mesopores. Meanwhile, in the catalyst activity test, styrene oxidation using a TiO<sub>2</sub> catalyst with a support showed a higher catalyst activity than pure TiO<sub>2</sub> catalyst and carbon support alone.

## مُستَخْصَصُ البَحْثِ

أغوستي، ن. ن. ٢٠٢١. يعيّلُ تَعْدِيلُ المَنجَبِقِ ( $TiO_2$ ) الكَرْبُونُ الحَسَكُ لِأكْسَدَةِ السِّتَايِرِينِ (Oksidasi Stirena). إقْتِرَاحُ البَحْثِ. قِسْمُ الكِيمِيَاءِ، كَلِيَّةُ العُلُومِ وَالتَّكْنُولُوجِيَا، جَامِعَةُ مَوْلَانَا مَالِكِ إِبْرَاهِيمِ الإِسْلَامِيَّةِ الحُكُومِيَّةِ مَالَانَج. المُشْرِفُ ١: الدُّوْكُورُ أَنْطَانُ فَرَايِسِيَطِيَا المَاجِسْتِيرِ، المُشْرِفَةُ ٢: رِفْعَةُ المَحْمُودَةَ المَاجِسْتِيرِ.

الكَلِمَاتُ المَفَاتِيحُ : المَنجَبِقُ، ( $TiO_2$ )، الكَرْبُونُ، أكْسَدَةُ السِّتَايِرِينِ.

يُعرفُ مُستَحْضِرُ ( $TiO_2$ ) وَاسِعًا عَن مَادَّةِ الصُّوْتِي. سِوَى ذَلِكَ، يَسْتَطِيعُ ( $TiO_2$ ) أَنْ يَنْجَحِقَ أَنْوَاعَ إَسْتِجَابَاتِ التَّوَلِّيفِ العَضُويِّ أَيْضًا، مِثْلُ: بِنزِلِدِهَائِد (Benzaldehyd)، الدِّيَزِلِ البِيُولُوجِيَّةِ (Biodiesel)، وَعَمَلِيَّةِ تَصْفِيَةِ التَّفِطِ، أَسْتِرَةِ الأَحْمَاضِ الدَّهْنِيَّةِ الحَرَّةِ، وَتَحْوِيلِ أَسْتِرَةِ الرُّوْتِ. الإِخْدَى مِنْ تَنْمِيَّاتِ لِارْتِفَاعِ إِجْرَاءِ ( $TiO_2$ ) هِيَ بِاعْطَاءِ المَادَّةِ الإِعَالَةَ مِثْلُ الكَرْبُونِ. يَهْدَفُ هَذَا البَحْثُ لِمَعْرِفَةِ المُوْرُفُولُوجِيَا وَنَشِيْطَةِ المَنجَبِقِ عَن المَنجَبِقِ ( $TiO_2$ ) يَعيّلُ الكَرْبُونُ الحَسَكُ السِّلْفُونَاتِ بِالمَنْهَجِ الحَمَلِ (Impregnasi). يَدُلُّ سِيْرُوكْتِرَا (FTIR) كَوْنُ هِيْدُرُوكْسِيْبَاتِيْتِ، وَجَمْعُوعَةِ الكَرْبِنَاتِ مِنْ حَصِيْلَةِ السِّلْفُونَاتِ. يَدُلُّ حِيُودُ جَمِيْعِ الأَمْوَدِجِ دَرُورَةَ الحِيُودِ المُتَنَاسِقِ فِي ٢٠ = ٢٥٠٨ : ٣٢٠٠ : ٣٩٠٥، الَّذِي يَدُلُّ كَوْنُ هِيْدُرُوكْسِيْبَاتِيْتِ. أَمَّا فِي المَنجَبِقِ المُخْصَبِ (diimpregnasi) ( $TiO_2$ ) تَمَلِكُ دَرُورَةُ الحِيُودِ المُتَنَاسِقِ فِي ٢٠ = ٣١٠٧ : ٥٤٠٠ : ٥٥٠٢، الَّذِي يَتَعَرَّفُ كَوْنُ ( $TiO_2$ ). يَدُلُّ مِيْكْرُوْعَرَاْفُ (SEM) أَنَّ السِّلْفُونَاتِ تَسْتَطِيعُ أَنْ تُعَيِّرَ مُوْرُفُولُوجِيَا الدِّرَّةِ إِلَى المَكْعَبِ وَالسُّطْحِيِّ الأَجْسَرِ بَعْدَ المُخْصَبِ ( $TiO_2$ ). تَدُلُّ بَيَانَاتِ الإِيْزُوتِيْمِ الإِمْتِرَازِ (Adsorpsi-Desorpsi) النَّتْرَجِيْنَ جَمِيْعُ مُتَسَاوِيِ الحَرَارَةِ الأَمْوَدِجِ هِيَ الجِنْسُ ٤ وَبِمَلِكِ المِيْزُوْبُورِي بِنُوعِ وَاحِدٍ. أَمَّا فِي إِخْتِبَارِ نَشِيْطَةِ المَنجَبِقِ، تَسْتَخْدِمُ أكْسَدَةُ السِّتَايِرِينِ المَنجَبِقِ ( $TiO_2$ ) بِالإِعَالَةَ تَدُلُّ نَشِيْطَةُ المَنجَبِقِ أَعْلَى مِنَ المَنجَبِقِ ( $TiO_2$ ) المَطْبِيقِ وَكَرْبُونِ الإِعَالَةَ فَقط.

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Material TiO<sub>2</sub> telah dikenal sangat luas sebagai material yang mempunyai potensi fotokatalis sehingga berpeluang digunakan di berbagai bidang di antaranya adalah oksidasi kontaminan senyawa organik volatil (Shayegan, dkk., 2018), produksi hidrogen untuk energi alternatif (Ni, dkk., 2007), dan degradasi limbah cair (Lee dan Park, 2013). Selain itu, TiO<sub>2</sub> juga digunakan sebagai katalis untuk proses pemurnian minyak bumi, esterifikasi asam lemak bebas, transesterifikasi minyak (Carlucci, dkk., 2019) dan sintesis senyawa organik diantaranya, benzaldehid (Nurhadi, dkk., 2014).

Benzaldehid adalah zat antara penting dalam industri farmasi, kosmetik dan parfum. Pembuatan konvensional benzaldehid dengan reaksi hidrolisis benzil klorida, yang tidak ramah lingkungan karena menggunakan pelarut organik dan menghasilkan klorin sisa. Salah satu cara yang berpeluang untuk menghindari pencemaran lingkungan akibat pembuatan benzaldehid adalah pemanfaatan senyawa TiO<sub>2</sub> sebagai katalis untuk membantu reaksi oksidasi stirena yang menghasilkan produk utama berupa benzaldehid, dan produk sampingan berupa fenil asetaldehid dan stirena oksida (Aberkouks, dkk., 2018). Peningkatan variasi jumlah TiO<sub>2</sub> yang diimpregnasi pada karbon telah diteliti (Nurhadi, dkk., 2014), meningkatnya situs aktif titanium yang terimpregnasi pada permukaan kerangka karbon dapat meningkatkan jumlah benzaldehid yang dihasilkan.

Pemanfaatan katalis  $\text{TiO}_2$  menemukan beberapa kendala di antaranya, luas permukaan spesifik yang sempit, efisiensi kuantum yang rendah (Bagheri, dkk., 2014), memiliki kecenderungan agregitasi yang tinggi (Dong, dkk., 2015), dan jika tersuspensi dalam air akan sulit untuk dipisahkan dan digunakan kembali (Przepiórski, dkk., 2001). Salah satu usaha untuk mengatasi masalah tersebut adalah dengan menggunakan material pendukung.

Beberapa material yang dilaporkan digunakan sebagai material pendukung adalah karbon aktif (Przepiórski, dkk., 2001), zeolit (Utubira, dkk., 2006), logam, polimer organik, dan dendrimer (Bagheri, dkk., 2014). Pemanfaatan karbon sebagai material pendukung (*supporting*) telah dilaporkan beberapa peneliti diantaranya: karbon aktif batu zaitun Yordania untuk mendegradasi 3-klorofenol (el-Sheikh, dkk., 2007), karbon batubara tersulfonasi untuk mendukung  $\text{TiO}_2$  dalam mengkatalisis oksidasi fase cair stirena dengan hidrogen peroksida sebagai oksidan (Nurhadi, dkk., 2014). Karbon adalah material pendukung yang banyak digunakan karena memiliki struktur berpori sehingga luas permukaannya tinggi. Selain itu jumlah heteroatom yang terikat secara kimiawi yang relatif kecil (terutama  $\text{O}_2$  dan  $\text{H}_2$ ) sehingga mengurangi masalah kontaminasi ketika reaksi (Bagheri, dkk., 2014). Karbon juga memiliki konduktivitas elektron yang tinggi (Lam dan Luong, 2014), harga yang murah, sifat kelembaman, stabilitas dan bentang luar yang tinggi serta meningkatkan kemampuan katalitik yang lemah (Nurhadi, dkk., 2014).

Bahan alam (biomassa) adalah salah satu sumber potensi bahan baku untuk material pendukung karbon. Beberapa pihak telah melaporkan mensintesis

karbon dari bahan alam seperti bubuk sukrosa murni (Sánchez, dkk., 2011) batubara (Nurhadi, dkk., 2014), residu biomassa seperti limbah pertanian, lemak hewan, limbah perkotaan dan domestik (Lam dan Luong, 2014). Hal ini sangat menguntungkan untuk mengurangi limbah dengan memanfaatkannya kembali sebagai pendukung katalis yang memiliki jual lebih.

Salah satu industri rumahan yang banyak ditemukan di daerah Samarinda Kalimantan Timur adalah industri makanan ringan amplang. Amplang adalah salah satu jajanan berupa kerupuk yang terbuat dari ikan dan memiliki rasa yang gurih. Umumnya amplang berbentuk lonjong dan kecil sebesar jari tangan. Bahan baku utama untuk pembuatan amplang adalah daging ikan. Hal ini sebagaimana Q.S an-Nahl ayat 14:

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ حَمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ مَوَاجِرَ فِيهِ  
وَلِتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ ۙ ١٤

*Artinya: “Dialah yang menundukkan lautan (untukmu) agar kamu dapat memakan daging yang segar (ikan) darinya dan (dari lautan itu) kamu mengeluarkan perhiasan yang kamu pakai. Kamu (juga) melihat perahu berlayar padanya, dan agar kamu mencari sebagian karunia-Nya, dan agar kamu bersyukur.”*

Yang dimaksud lautan pada ayat tersebut adalah perairan yang luas, baik tawar maupun asin, mencakup laut, danau, dan sungai yang luas. Nikmat-nikmat Allah yang disebutkan pada ayat ini bertujuan agar manusia mensyukuri semua nikmat yang diberikan-Nya, memahami betapa besar nikmat Allah, dan memanfaatkan nikmat yang tak terhingga itu untuk beribadah kepada-Nya dan kesejahteraan mereka sendiri (Lajnah Pentashihan Mushaf al-Qur’an, 2009).

Sedangkan bagian ikan yang lainnya seperti kepala, tulang, sisik dan kulit ikan terbuang sebagai limbah. Limbah produksi amplang belum dimanfaatkan dan hanya dibuang langsung dilaut atau di tempat sampah. Diprediksi limbah tulang ikan dalam satu bulan dapat mencapai 12 ton. Tulang ikan sendiri terdiri karbonat, kalsium dan fosfor yang mengalami biomineralisasi menjadi kalsium fosfat (Anggresani, dkk., 2019), sehingga limbah tulang ikan tersebut dapat dimanfaatkan sebagai salah satu bahan baku pembuatan katalis dengan mengubahnya menjadi karbon yang diaktivasi menggunakan asam sulfat pekat.

Stirena adalah senyawa yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan benzaldehid melalui reaksi oksidasi. Benzaldehid adalah zat antara penting dalam industri farmasi, kosmetik dan parfum. Pembuatan konvensional benzaldehid dengan reaksi hidrolisis benzil klorida, yang tidak ramah lingkungan karena menggunakan pelarut organik dan menghasilkan klorin sisa. Salah satu cara yang berpeluang untuk menghindari pencemaran lingkungan akibat pembuatan benzaldehid adalah pemanfaatan senyawa  $\text{TiO}_2$  sebagai katalis untuk membantu reaksi oksidasi stirena yang menghasilkan produk utama berupa benzaldehid, dan produk sampingan berupa fenil asetaldehid dan stirena oksida (Aberkouks, dkk., 2018). Peningkatan variasi jumlah  $\text{TiO}_2$  yang diimpregnasi pada karbon telah diteliti (Nurhadi, dkk., 2014), meningkatnya situs aktif titanium yang terimpregnasi pada permukaan kerangka karbon dapat meningkatkan jumlah benzaldehid yang dihasilkan.

Berdasarkan uraian tersebut maka dalam penelitian ini akan memodifikasi dan mengkarakterisasi katalis  $\text{TiO}_2$  didukung karbon dari tulang ikan yang

tersulfonasi. Penelitian ini diawali dengan mengkarbonisasi limbah tulang ikan dalam suhu 500 °C, kemudian disulfonasi dan diimpregnasi dengan variasi jumlah TiO<sub>2</sub> sebesar 500, 1000, dan 1500 µmol. Aktivitas katalitik dipelajari dengan cara mengoksidasi stirena menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai oksidator. Material katalis dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), alat difraksi sinar-*X* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan Brunauer-Emmett-Teller (BET) *Surface Area*. Hasil konversi stirena ditentukan dengan menggunakan *Gas Chromatography* (GC).

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana karakterisasi dan kemampuan katalis TiO<sub>2</sub> yang didukung karbon tulang ikan tersulfonasi dalam mengoksidasi stirena.

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui morfologi dan aktivitas katalisis dari katalis TiO<sub>2</sub> yang didukung karbon tulang ikan tersulfonasi untuk mengoksidasi stirena.

## 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini adalah

- a. Karbonasi tulang ikan dilakukan dengan suhu 500 °C selama 2 jam.
- b. Karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, SEM dan BET
- c. Aktivitas katalis TiO<sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan tersulfonasi, dengan variasi jumlah titanium yang diimpregnasi: 500, 1000, dan 1500 µmol.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan alternatif solusi untuk memanfaatkan dan mengolah limbah tulang ikan sebagai pendukung katalis. Selain itu, penelitian ini juga dapat memberikan pengetahuan terkait dengan cara memodifikasi, mengkarakterisasi dan mengaplikasikan katalis  $\text{TiO}_2$  didukung karbon tulang ikan tersulfonasi dengan metode impregnasi

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Katalis**

Istilah “katalis” diungkapkan pertama kali oleh Berzelius pada 1836, tetapi definisi yang sesuai diperkenalkan oleh Ostwald yang menjelaskan bahwa katalis adalah percepatan reaksi yang lambat dengan menambahkan bahan lain pada reaktan. Katalis mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi dengan cara menempelkan diri kepada molekul reaktan dan berinteraksi dengannya. Katalis hanya diperlukan dalam jumlah yang kecil untuk mengubah sejumlah besar reaktan karena tidak ikut berubah menjadi produk (Roduner, 2014).

Beberapa dekade terakhir, dengan adanya sains permukaan yang mempelajari secara rinci interaksi molekul adsorbat pada kristal tunggal, menyebabkan kemajuan yang signifikan dan membatasi katalis dengan dua fakta: (1) Sebagian besar reaksi sains permukaan bekerja dengan baik hanya dalam kondisi vakum tinggi dan pada suhu dimana gerakan dibekukan dan tidak ada reaksi kimia. Oleh karena itu, dilakukan upaya untuk menanggulangi kesenjangan tekanan pada kondisi nyata dan aplikasinya. (2) Permukaan kasar dengan cacat pada segi kristal, sudut dan tepi kristal memberikan aktivitas katalitik yang jauh lebih baik daripada permukaan kristal tunggal yang sempurna (Roduner, 2014).

Jenis katalis biasanya dibagi menjadi tiga macam yaitu, heterogen, homogen dan katalis enzim. Katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan reaktannya. Biasanya, katalis heterogen adalah permukaan padatan. Sebaliknya, katalis homogen adalah katalis yang fasenya sama dengan reaktannya. Sedangkan

katalis enzim adalah protein (Christensen dan Nørskov, 2008). Katalis heterogen diaplikasikan secara luas di bidang industri karena mudah dipisahkan dari produk sehingga mengurangi biaya operasi. Sebaliknya, katalis homogen terbatas aplikasinya karena lebih sulit dipisahkan dan menambah biaya pemisahan dan pemulihan (Fadhel, dkk., 2010).

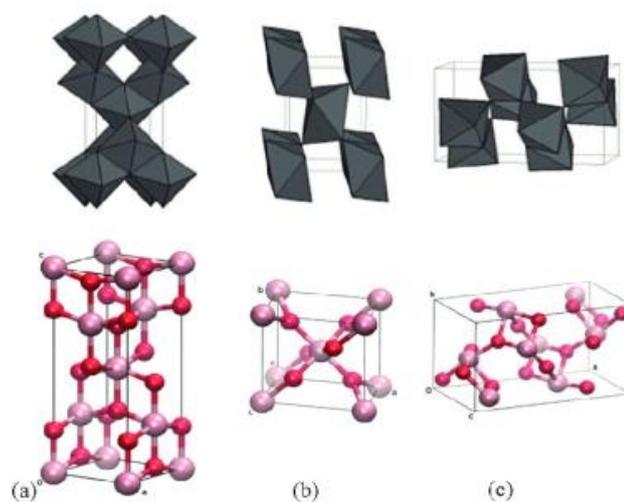
Beberapa katalis heterogen yang digunakan untuk mengoksidasi stirena adalah titanium silicalite-1 (TS-1) dilapiskan pada cincin pengepakan baja tahan karat (Wang, dkk., 2011), tembaga dengan pendukung silika mesopori heksagonal (Cu-HMS) yang disintesis dengan metode sol-gel (Lu dan Yuan, 2009), kromium dalam matriks silika yang diekstraksi dari sekam padi (Adam dan Iqbal, 2010), dan  $\text{TiO}_2$  dengan pendukung arang batubara (Nurhadi, dkk., 2018).

## 2.2 Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ )

Titanium (IV) dioksida (titania/ $\text{TiO}_2$ ) mempunyai tiga fase kristalin yang umum yaitu rutil, anatase dan brookite. Rutil merupakan fase yang stabil secara termodinamika. Sedangkan, anatase dan brookite adalah fase metastabil. Anatase dan rutil memiliki aplikasi yang lebih luas karena lebih stabil daripada brookite. Ketiga struktur senyawa  $\text{TiO}_2$  disajikan pada Gambar 2.1. Dalam ketiga bentuk tersebut, atom titanium ( $\text{Ti}^{4+}$ ) berkoordinasi dengan enam atom oksigen ( $\text{O}^{2-}$ ), membentuk oktahedra " $\text{TiO}_6$ " (Scarpelli, dkk., 2018).

Anatase dan rutil memiliki geometri tetragonal, berbeda dengan brookite yang memiliki geometri ortorombik. Dalam rutil, oktahedron  $\text{TiO}_6$  sedikit terdistorsi, sedangkan anatase terdiri dari satuan oktahedral yang sangat terdistorsi.

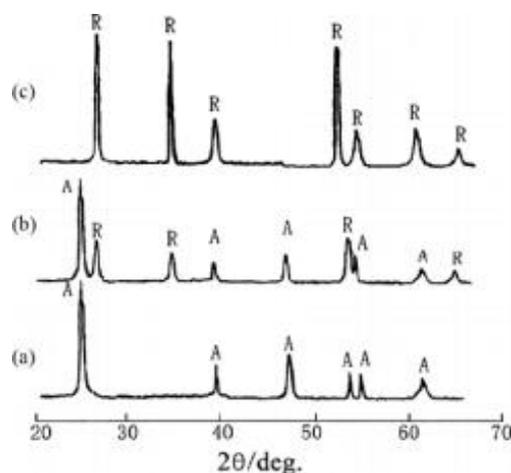
Dalam struktur rutile, setiap oktahedron dikelilingi oleh sepuluh oktahedron berdekatan; sebaliknya, dalam polimorf anatase, setiap oktahedron bersentuhan dengan delapan tetangga. Jarak antar atom juga berbeda antar polimorf. Untuk anatase, sehubungan dengan rutil, jarak Ti-Ti lebih panjang dan, sebaliknya, jarak Ti-O lebih pendek. Perbedaan struktur kisi ini menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur pita elektronik antara dua bentuk  $\text{TiO}_2$ . Karena sifat intrinsiknya, fase anatase adalah yang paling menarik untuk diaplikasikan (Scarpelli, dkk., 2018).



Gambar 2.1 Struktur senyawa  $\text{TiO}_2$  (a) anatase, (b) rutile dan (c) brookite (Scarpelli, dkk., 2018)

Struktur senyawa  $\text{TiO}_2$  dapat diidentifikasi melalui teknik karakterisasi XRD. Teknik karakterisasi ini merupakan teknik non-destruktif untuk mengkarakterisasi kristal dan memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran butir rata-rata, kristalinitas, regangan dan cacat kristal. XRD didasarkan pada interferensi

konstruktif sinar- $X$  monokromatik dan sampel kristal. Sinar- $X$  yang dihasilkan oleh tabung sinar katoda, disaring untuk menghasilkan radiasi monokromatik, dikolimasi menjadi konsentrat, dan diarahkan ke sampel. Interaksi sinar datang dengan sampel menghasilkan interferensi konstruktif ketika memenuhi hukum Bragg. Hukum ini menghubungkan panjang gelombang radiasi elektromagnetik dengan sudut difraksi dan jarak kisi dalam sampel kristal (Bunaciu, 2015). Difraktogram  $\text{TiO}_2$  ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Difraktogram  $\text{TiO}_2$  fase (a) anatase, (b) anatase-rutile, (c) rutile (Ijadpanah-Saravy, dkk., 2014).

$\text{TiO}_2$  banyak diaplikasikan pada bidang kosmetik, pigmen, tabir surya, fotokatalis dan katalis (Ali, dkk., 2018).  $\text{TiO}_2$  sebagai katalis heterogen memiliki banyak reaksi katalitik seperti dehidrogenasi, hidrosulfurasi, *water-gas shift reaction*, dekomposisi katalitik termal (Bagheri, dkk., 2014), transesterifikasi pada biodiesel (Carlucci, dkk., 2019) dan oksidasi stirena (Nurhadi, dkk., 2014).

$\text{TiO}_2$  dengan material pendukung batubara disulfonasi memiliki aktivitas katalitik dan selektivitas yang lebih tinggi reaksi daripada  $\text{TiO}_2$  murni atau batubara saja untuk reaksi oksidasi stirena (Nurhadi, dkk., 2014), begitu juga

dengan senyawa TS-1 (Zhuang, dkk., 2004). Selain itu, juga dilaporkan Ru/TiO<sub>2</sub> digunakan sebagai katalis reaksi metanasi selektif CO dalam CO<sub>2</sub> dan reformasi kaya H<sub>2</sub>.

### 2.3 Material Pendukung (*Supporting Material*) untuk Katalis

TiO<sub>2</sub> memiliki beberapa kekurangan yaitu ketika pada keadaan murni di dalam air, TiO<sub>2</sub> akan tersuspensi, sehingga sulit untuk dipisahkan. Sehingga para peneliti mencari solusi untuk masalah ini. Beberapa solusinya yaitu, menggunakan karbon aktif sebagai material pendukung katalis dengan beberapa metode alternatif yaitu: (1) impregnasi karbon aktif dengan TiO<sub>2</sub> koloid, (2) karbonisasi dengan campuran TiO<sub>2</sub>, (3) pengendapan TiO<sub>2</sub> pada karbon aktif menggunakan metode sinar cluster terionisasi. Selain itu TiO<sub>2</sub> dapat digunakan sebagai promotor struktur mesopori pada karbon (Przepiórski, dkk., 2001).

Pendukung (*support*) katalis adalah material yang biasanya padatan dengan luas permukaan tinggi. Mekanismenya adalah katalisator harus tersebar pada pendukung katalis yang sesuai untuk membuat nanopartikel katalitik stabil dan mendapatkan kinerja yang optimal dan mengurangi jumlah logam mahal yang digunakan sehingga menurunkan total biaya katalis. Selain itu, dengan karakteristik berpori, material pendukung memberikan dispersi katalis nanopartikel yang tinggi dan menyederhanakan transfer elektron, keduanya berkontribusi pada aktivitas katalitik yang lebih baik (Bagheri, dkk., 2014).

Terkadang material pendukung katalis memberikan efek struktural, yang disebabkan oleh efek terkait tesktur dan fase aktif. Dengan demikian, pemilihan material pendukung katalis harus memperhatikan sifat spesifiknya, seperti

porositas, luas permukaan, dispersi, selektivitas dan aktivitas. Morfologi dan ukuran pori memberikan peran penting dalam meningkatkan stabilitas dan kinerja katalis (Bagheri, dkk., 2014).

Beberapa material pendukung katalis yang sering digunakan adalah alumina, zeolit, karbon nanofiber, logam oksida dan karbon aktif (Bagheri, dkk., 2014). Beberapa material pendukung yang pernah dilaporkan untuk TiO<sub>2</sub> adalah abu dasar batubara (Nurhadi, 2017), komposit oksida graphene (Sakthivel, dkk., 2018) dan karbon aktif (Araña, dkk., 2003). Kinerja TiO<sub>2</sub> murni memiliki aktivitas katalitik yang rendah dengan rendemen benzaldehid sekitar 0,081 mmol. Tatkala diberikan material pendukung batubara peringkat rendah tersulfonasi, TiO<sub>2</sub> dapat memberikan aktivitas katalitik yang lebih tinggi hingga dapat menghasilkan benzaldehid sebesar 1,441 mmol dengan selektivitas 96% (Nurhadi, dkk., 2014).

TiO<sub>2</sub> pada karbon aktif tidak membentuk gumpalan, tetapi teradsorpsi pada permukaan partikel karbon aktif sehingga menghasilkan distribusi partikel yang homogen. Distribusi TiO<sub>2</sub> yang teratur pada karbon aktif dapat memindahkan muatan antara karbon aktif dan TiO<sub>2</sub> yang memberikan perubahan warna TiO<sub>2</sub> dari putih menjadi biru, pengasaman gugus hidroksil permukaan dan perubahan spektrum absorpsi UV TiO<sub>2</sub> meningkatkan kemampuan katalis untuk menyerap lebih banyak cahaya tampak (Araña, dkk., 2003). Peningkatan selektivitas katalis untuk reaksi oksidasi stirena juga terjadi pada TiO<sub>2</sub> dengan komposit oksida grafen hingga 90% (Sakthivel, dkk., 2018).

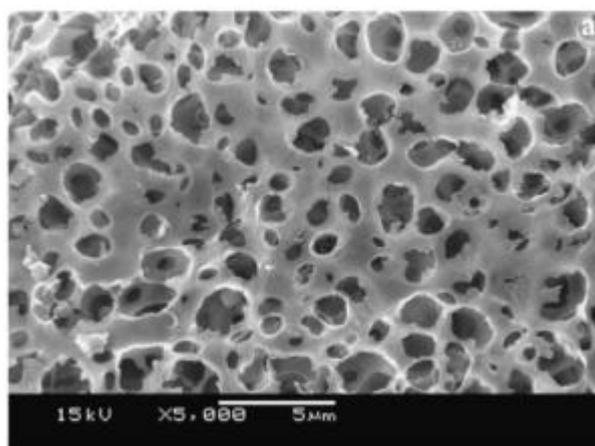
Beberapa keuntungan material pendukung katalis karbon adalah (Rodríguez-Reinoso dan Sepulveda-Escribano, 2008):

- a. Permukaan karbon resisten pada media asam dan basa
- b. Strukturnya stabil pada suhu tinggi
- c. Struktur pori dapat disesuaikan untuk mendapatkan distribusi ukuran pori yang dibutuhkan untuk aplikasi tertentu.
- d. Pori karbon dapat disiapkan dengan variasi ukuran makroskopis seperti, granula, bubuk, serat, pelet, cakram, monolit)
- e. Sifat kimia permukaan dapat dimodifikasi dengan mengontrol polaritas dan hidrofobisitas.
- f. Fase aktif dapat diperoleh kembali dengan mudah dari katalis bekas dengan membakar habis pendukung karbon.
- g. Pendukung karbon lebih murah dari pendukung katalis konvensional lainnya.

## 2.4 Karbon Aktif

Karbon aktif adalah karbon yang keefektifitasnya ditingkatkan melalui aktivasi dengan dua cara: secara fisik dan kimia. Aktivasi karbon bertujuan untuk memperluas permukaan, memperbesar porositas dan permukaan bersifat hidrofobik (Janaun dan Ellis., 2011). Pada proses aktivasi kimia, prekursor dicampur dengan reagen dasar (misalnya KOH, NaOH) atau reagen asam (misalnya  $ZnCl_2$ ,  $H_3PO_4$ , HCl,  $H_2SO_4$ ) dan dipanaskan sampai 300-700 °C. Hasil aktivasi kimia memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan aktivasi fisik, yaitu suhu pirolisis yang lebih rendah, hasil yang lebih tinggi dan luas permukaan spesifik yang lebih tinggi (Kitano, dkk., 2009). Struktur pori dan morfologi permukaan karbon aktif bisa dikarakterisasi dengan SEM, seperti yang terdapat dalam Gambar 2.3. Kekurangan karakterisasi ini adalah lamanya waktu yang

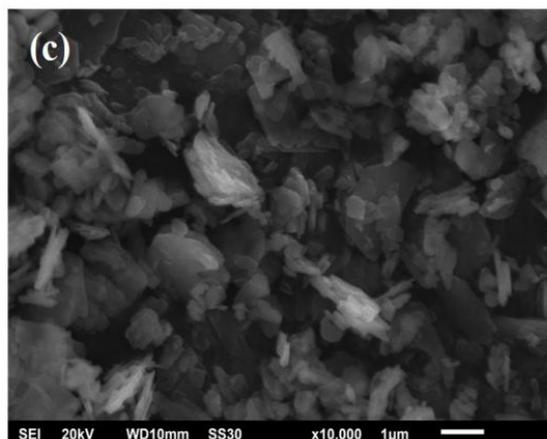
diperlukan untuk aktivasi dan banyaknya energi yang diperlukan (Heidarinejad, dkk., 2020). Aktivitas katalis karbon mesopori tersulfonasi dengan suhu karbonisasi yang lebih rendah dapat menghasilkan lebih banyak gugus  $\text{—SO}_3\text{H}$  yang bersifat hidrofilik dan mempertahankan gugus asam permukaan, yang membantu kinerja katalis (Tian dan Zhao., 2008). Selain itu, gugus fungsi hidrofilik juga mencegah penggabungan molekul karbon yang bersifat hidrofobik sehingga dapat terlarut dengan baik di dalam larutan reaktan (Kitano, dkk., 2009).



Gambar 2.3 Karakterisasi SEM karbon aktif (Somsesta, dkk., 2020)

SEM memungkinkan analisis dan pengamatan permukaan bahan organik dan anorganik yang heterogen. Sampel yang dianalisis disinari dengan berkas elektron melintasi permukaan sampel, sinyal yang dihasilkan ketika berkas berinteraksi dengan permukaan spesimen termasuk elektron sekunder, elektron hamburan balik, elektron Auger, sinar-X, dan foton dengan energi berbeda. Namun, elektron sekunder dan elektron hamburan balik yang paling penting, karena keduanya bervariasi sesuai dengan topografi permukaan yang berbeda dan memungkinkan untuk menghasilkan gambar dengan resolusi tinggi 1 nm. Ketika digabung dengan *Energy-Dispersive-X-Ray Detector* (EDX), informasi komposisi

dapat diketahui bersama dengan informasi topografi dan kristalografi. Gambar 2.4 memperlihatkan morfologi permukaan katalis  $\text{TiO}_2$  diimpregnasi pada karbon tulang ikan tersulfonasi dan Tabel 2.1 menunjukkan jumlah unsur pada katalis (Nurhadi, dkk., 2021).



Gambar 2.4 Karakterisasi SEM-EDX  $\text{TiO}_2$ /CFB (Nurhadi, dkk., 2021)

Tabel 2.1 Komposisi unsur pada katalis  $\text{TiO}_2$ /CFB menggunakan SEM-EDX (Nurhadi, dkk., 2021)

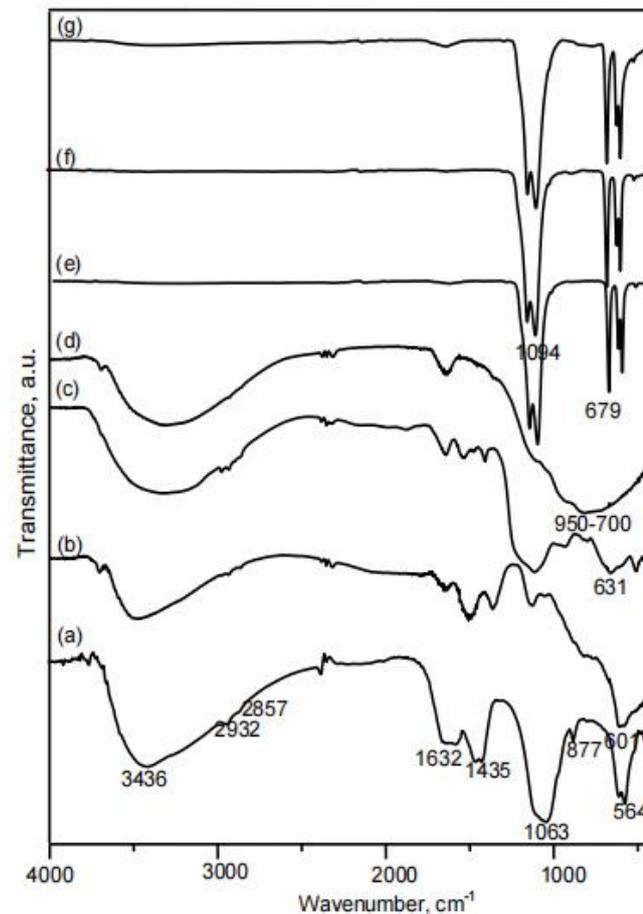
Unsur	%Berat pada $\text{TiO}_2$ /CFB
C	51,58
O	40,76
S	3,16
Ca	3,47
Ti	0,42
Fe	0,02
Cu	0,59

Pada aktivasi kimia, prekursor organik diaktifkan dengan bahan kimia pada suhu tinggi. Tahap pertama metode ini adalah menjenuhkan sampel dengan bahan kimia pengoksidasi dan sangat dehidrasi. Setelah impregnasi, suspensi dikeringkan dan campuran yang tersisa dipanaskan selama waktu tertentu. Suhu yang diperlukan berkisar 400-900 °C, dimana selulosa terdegradasi, tergantung pada bahan pengaktif dan sifat akhir produk (Heidarinejad, dkk., 2020).

Karbon aktif dapat diproduksi dari berbagai prekursor organik seperti, kayu, gambut, batubara dengan derajat pengarangan yang berbeda (dari batu bara coklat hingga antrasit) (Goscianska, dkk., 2012), sekam padi, serbuk gergaji, batok kelapa dan kulit hazelnut (Tadda, dkk., 2018). Karbon aktif dapat digunakan sebagai adsorben, penukar ion, material pendukung katalis, katalis, dan material elektrode (Goscianska, dkk., 2012). Luas permukaan yang besar membuat karbon aktif memiliki sifat adsorbansi yang baik sehingga dapat digunakan sebagai adsorben. Sifat-sifat ini dapat membantu proses adsorben-katalitik (Septiani, dkk., 2015).

Gugus fungsi pada karbon aktif dapat diidentifikasi menggunakan instrumen FTIR dengan prinsip interaksi antara energi dan materi. Tiap molekul mempunyai spektrum inframerah yang berbeda, bila molekul menyerap beberapa inframerah dan tidak menyerap yang lain, sehingga akan ditransmisikan melalui permukaan sampel dan lolos ke detektor yang kemudian direkam oleh komputer dalam bentuk spektra.

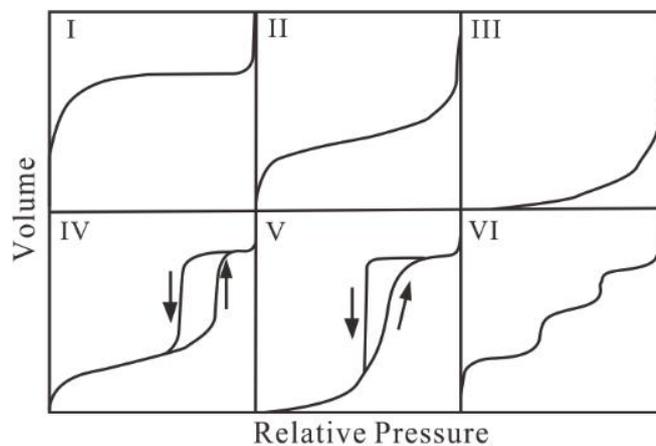
Pada penelitian sebelumnya spektrum IR karbon aktif tulang ikan ditampilkan pada Gambar 2.5, menunjukkan puncak adsorpsi pada  $3436\text{ cm}^{-1}$ , dan  $1632\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan *stretching* O–H. Vibrasi untuk *stretching* C–O, yang berkorelasi dengan substitusi ion karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) dalam kisi kristal, terlihat di serapan  $1435$  dan  $877\text{ cm}^{-1}$ . Serapan pada  $1063$  dan  $564\text{ cm}^{-1}$  untuk vibrasi *stretching* P–O pada gugus ion fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ). Munculnya gugus ion karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) dan ion fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) merupakan bukti adanya hidroksiapatit (Nurhadi, dkk., 2021).



Gambar 2.5 Spektra FTIR dari (a) CFB, (b) CuO, (c) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (d) TiO<sub>2</sub>, (e) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CFB, (f) CuO/CFB dan (g) TiO<sub>2</sub>/CFB (Nurhadi, dkk., 2021)

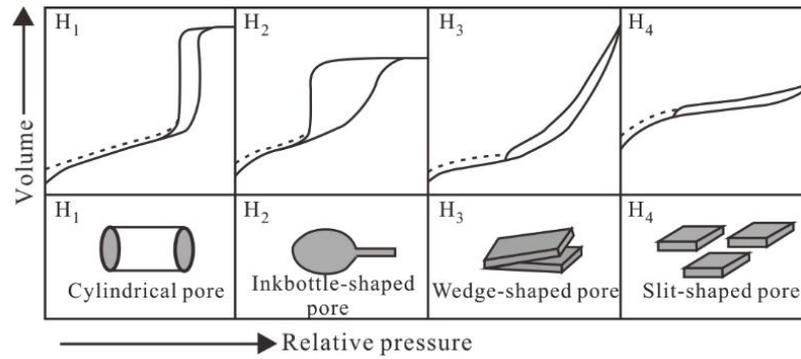
Penentuan permukaan area dan pori dari bahan padatan serbuk dapat menggunakan metode BET dengan menghitung jumlah gas yang terserap di permukaan sampel. Gas yang biasa digunakan pada karakterisasi ini adalah nitrogen, argon dan helium. Grafik pada isoterm adsorpsi dan *loop* histeresis dapat digunakan untuk mengidentifikasi tipe dan bentuk pori. IUPAC mengklasifikasikan grafik isoterm adsorpsi menjadi 6 tipe yang ditunjukkan pada Gambar 2.6, dan mengklasifikasikan bentuk *loop* histeresis menjadi 4 tipe yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 (Xu, dkk., 2020). Tipe I isoterm adsorpsi adalah

karakteristik adsorben mikropori, tipe II, III, dan VI untuk karakteristik adsorben tidak berpori atau makropori, tipe IV dan V untuk karakteristik adsorben mesopori (Alothman, 2012).



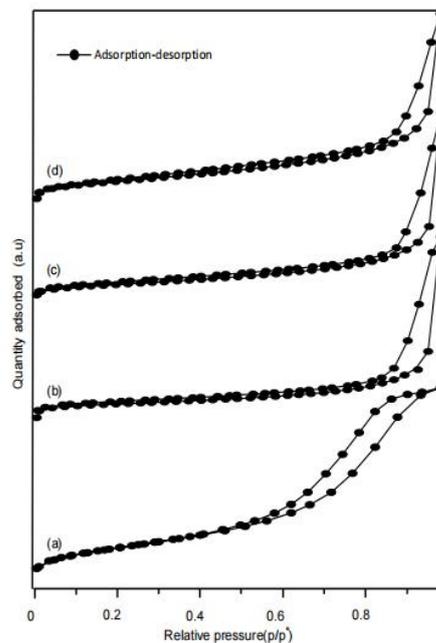
Gambar 2.6 Tipe isotherm adsorpsi (Xu, dkk., 2020)

Bentuk *loop* histeresis berkorelasi dengan distribusi ukuran pori, geometri pori, dan konektivitas dari bahan mesopori. Tipe H1 sering diasosiasikan dengan bahan berpori silinder yang kedua ujungnya terbuka. Tipe H2 diasosiasikan dengan pori-pori berbentuk botol tinta dengan konektivitas yang buruk dan struktur dan distribusi pori yang tidak merata. Tipe H3 diasosiasikan memiliki pori-pori berbentuk baji yang dibentuk oleh tumpukan partikel serpihan yang longgar sehingga memiliki celah. Tipe H4 diasosiasikan dengan pori-pori celah sempit (Xu, dkk., 2020). Kurva putus-putus pada *loop* histeresis mengindikasikan histeresis tekanan rendah, yang mungkin terkait dengan perubahan volume adsorben, misalnya pembengkakan pori-pori atau penyerapan *irreversible* molekul dalam pori-pori dengan lebar yang hampir sama dengan molekul adsorptif (Alothman, 2012).



Gambar 2.7 Tipe *loop* histeresis dan bentuk pori yang sesuai (Xu, dkk., 2020)

Pada penelitian sebelumnya isoterm-adsorpsi nitrogen dari TiO<sub>2</sub>/CFB ditampilkan pada Gambar 2.8, memiliki isoterm katalis tipe IV dalam klasifikasi IUPAC, yang merupakan isoterm khas untuk mesopori, dan memiliki *loop* histeresis yang jelas. Luas permukaan dan volume pori BET untuk TiO<sub>2</sub>/CFB adalah 13,790 m<sup>2</sup>/g dan 0,053 cm<sup>3</sup>/g.



Gambar 2.8 Isoterm fisisorpsi (a) CFB, (b) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CFB, (c) CuO/CFB dan (d) TiO<sub>2</sub>/CFB. (Nurhadi, dkk., 2021)

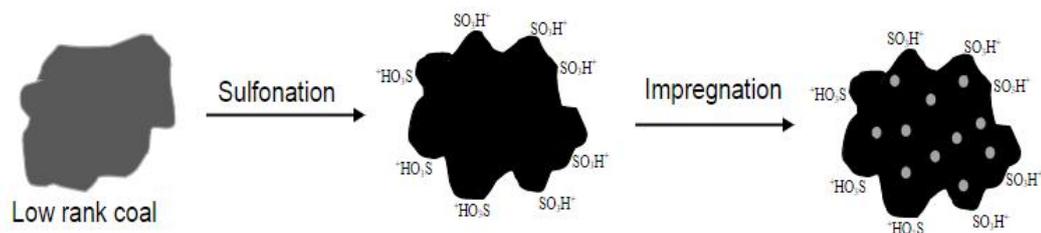
## 2.5 Modifikasi Katalis TiO<sub>2</sub> dengan Pendukung Karbon Aktif

Terdapat beberapa peneliti yang telah modifikasi katalis TiO<sub>2</sub> dengan pendukung karbon aktif seperti (Asiltürk dan Şener, 2012) dengan metode hidrotermal dan refluks, metode hidrotermal Sun, dkk., 2019), metode impregnasi (Mesones, dkk., 2020), metode impregnasi dengan sumber karbon aktif dari batubara (Nurhadi, dkk., 2014), dan metode sol-gel (Martins, dkk., 2017). Pemilihan metode berkaitan dengan karakteristik bahan prekursor dan produk akhir yang diinginkan.

Modifikasi katalis TiO<sub>2</sub> pada penelitian ini menggunakan metode impregnasi karena metode impregnasi memiliki beberapa kelebihan yaitu, metode yang paling sederhana dan mudah untuk memuat katalis pada pori material pendukung (Tušar, dkk., 2013). Impregnasi terdiri dari tiga langkah dasar yaitu (Tsao dan Yang, 2018):

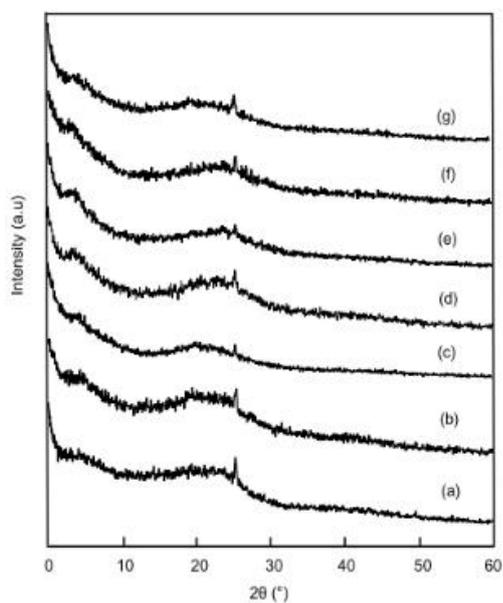
- a. Pendukung dengan permukaan tinggi diresapi larutan yang mengandung prekursor logam,
- b. Pelarut diuapkan pada suhu tinggi,
- c. Prekursor logam direduksi pada lingkungan yang ditentukan untuk menghasilkan katalis.

Adapun ilustrasi modifikasi katalis TiO<sub>2</sub> secara garis besar dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Ilustrasi modifikasi  $\text{TiO}_2$  diimpregnasi ke karbon tersulfonasi

Pada Gambar 2.10 diperlihatkan difraktogram semua seyawa  $\text{TiO}_2$  yang didukung oleh batubara peringkat rendah tersulfonasi ( $\text{SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ ),  $\text{Ti}(500)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ ,  $\text{Ti}(1000)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ ,  $\text{Ti}(1500)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ ,  $\text{Ti}(2000)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$  dan  $\text{Ti}(2500)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ . Semua pola XRD didominasi oleh luas puncak dalam kisaran  $2\theta$  dari  $10\text{-}30^\circ$ , yang dikaitkan dengan karbon amorf dari karbon aromatik (Nurhadi, dkk., 2014).



Gambar 2.10 Difraktogram senyawa (a) Batubara, (b)  $\text{SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ , (c)  $\text{Ti}(500)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ , (d)  $\text{Ti}(1000)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ , (e)  $\text{Ti}(1500)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$ , (f)  $\text{Ti}(2000)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$  dan (g)  $\text{Ti}(2500)\text{-SO}_3\text{H}/\text{Batubara}$  (Nurhadi, dkk., 2014)

Struktur kristal TiO<sub>2</sub> anatase diamati dari puncak dominan pada 25,4° dan puncak lainnya pada  $2\theta = 37,9; 48,1; 54,1, \text{ dan } 55,2^\circ$ . Intensitas puncak TiO<sub>2</sub> meningkat seiring dengan meningkatnya jumlah titanium dioksida yang diimprenasi, sedangkan luas permukaan BET sampel sebelum kalsinasi Ti(2500)-SO<sub>3</sub>H/Batubara (64, m<sup>2</sup>/g) lebih rendah dari sampel setelah kalsinasi Ti(2500)-SO<sub>3</sub>H/Batubara500 (98,2 m<sup>2</sup>/g). Demikian pula volume pori Ti(2500)-SO<sub>3</sub>H/Batubara (0,0006 cm<sup>3</sup>/g) juga lebih rendah dibandingkan Ti(2500)-SO<sub>3</sub>H/Batubara500 (0,0019 cm<sup>3</sup>/g). Demikian juga ukuran pori Ti(2500)-SO<sub>3</sub>H/Batubara (117,4 Å) lebih kecil dibandingkan Ti(2500)-SO<sub>3</sub>H/Batubara500 (143,6 Å) (Nurhadi, dkk., 2014).

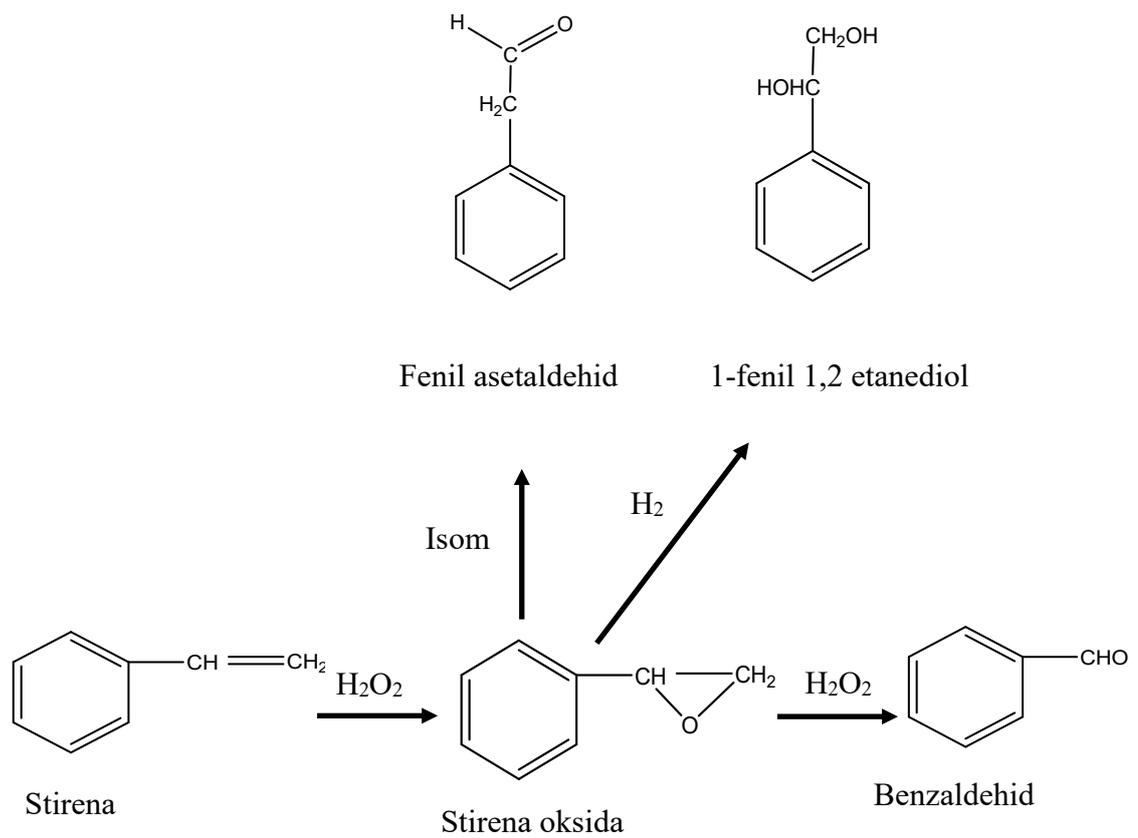
## 2.6 Oksidasi Stirena

Pada penelitian sebelumnya (Sakthivel, dkk., 2018), diketahui bahwa oksidasi stirena tidak dapat terjadi tanpa katalis dan hanya menguntungkan jika menggunakan katalis. Terdapat beberapa konsep mengenai reaksi oksidasi: konsep pertama disebut konsep oksigen. Kata oksidasi dimaksudkan sebagai reaksi kimia dengan oksigen untuk membentuk oksida, sementara gas oksigen disebut sebagai agen reaksi oksidasi atau oksidan yang pertama dikenal. Untuk seterusnya oksidan bukan hanya gas oksigen tetapi juga molekul lain dapat digunakan sebagai oksidan seperti H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, NaClO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, KMnO<sub>4</sub>, dan lain-lain. Konsep kedua dikenal sebagai konsep hidrogen, reaksi oksidasi sering dikaitkan dengan penghilangan atom hidrogen dari molekul atau ion molekul. Perkataan oksidasi dianalogikan dengan penerimaan proton atau pelepasan proton. Konsep ketiga juga sering disebut sebagai konsep elektron atau bilangan oksidasi, reaksi

oksidasi adalah kehilangan elektron (*deelectronation*) atau peningkatan bilangan oksidasi dari molekul, atom atau ion, contoh:  $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2e$ . Reaksi oksidasi reduksi terjadi dalam waktu yang sama dalam satu set yang berpadanan, reaksi oksidasi tidak dapat terjadi tanpa reaksi reduksi. Reaksi reduksi adalah kebalikan dari reaksi oksidasi.

Reaksi oksidasi stirena berkatalis mempunyai manfaat tinggi untuk bidang akademik dan komersial dengan sebuah tujuan untuk mensintesis oksida stirena, yang merupakan senyawa antara yang penting untuk pelbagai besar bahan kimia dan farmasi seperti minyak wangi dan obat-obatan. Dalam proses konvensional, oksidasi stirena telah dilakukan dengan menggunakan senyawa asam sebagai agen oksigen. Walau bagaimanapun, senyawa asam dan katalis homogen yang lain dalam reaksi oksidasi tidak disarankan karena aktivitas katalis rendah, selektifitas produk rendah, mahal, dan berbahaya kepada lingkungan. Oleh karena itu, katalis alternatif yang digunakan untuk reaksi oksidasi adalah katalis heterogen karena lebih mudah dalam pemisahan antara produk dan katalis, dapat digunakan kembali dan lebih ekonomi.

Oksidasi stirena dengan hidrogen peroksida sebagai oksidan akan menghasilkan stirena oksida sebagai produk utama yang dihasilkan dari oksidasi ikatan rangkap rantai samping stirena. Produk lain fenil asetaldehid, dibentuk dengan penataan ulang oksida stirena, 1-fenil, 1,2-atanediol (diol) terbentuk dari stirena oksida ditambah dengan air, dan benzaldehid dibentuk melewati pembelahan C-C (Lázaro, dkk., 2006; Uguina, dkk., 2000). Mekanisme reaksi oksidasi stirena digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.11 Mekanisme reaksi oksidasi stirena dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$ , menggunakan asetonitril (Uguina, dkk., 2000).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan september-oktober 2021 yang bertempat di Laboratorium Pendidikan Kimia, Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Mulawarman Samarinda. Penelitian juga akan dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju, FMIPA Universitas Negeri Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: alat gelas, mortar dan alu, oven corong Buchner, *stirer*, *centrifuge*, *muffle furnace* VULCAN™ 3–550, ayakan 200 mesh, instrumen XRD (Phillips PANalytical X'Pert PRO), spektroskopi FTIR (IR–Prestige–21 Shimadzu), SEM-EDX (FEI Inspect S50), dan Micromaritics ASAP 2020 V4.00. GC-2014 Shimadzu dengan menggunakan kolom BPX5, (nomor seri: 1286043).

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: tulang ikan, asam sulfat (95-88%, J.T.Baker), aseton (99%, Merck), Titanium isopropoksida (97%, Sigma-Aldrich), etanol (99,9%, Merck), asetonitril (99,9%, Merck), hidrogen peroksida (30%, Merck), stirena (99%, Merck) dan aquades.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dari penelitian ini dibagi menjadi 6 tahap, yaitu:

- a. Penyiapan bahan mentah tulang ikan dari limbah perusahaan amplang.
- b. Pembuatan serbuk karbon dari limbah tulang ikan.
- c. Sulfonasi serbuk karbon limbah tulang ikan.
- d. Impregnasi serbuk karbon limbah tulang ikan tersulfonasi dengan larutan titanium isoprosida 500, 1000, dan 1500  $\mu\text{mol}$
- e. Karakterisasi katalis dengan instrumen FTIR, XRD, SEM, dan BET
- f. Uji aktivitas katalis.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Penyiapan Bahan Mentah dan Pembuatan Serbuk Tulang Ikan

Tulang ikan dikumpulkan dari salah satu perusahaan olahan ikan (amplang) terbesar di Samarinda yaitu UD Harmas, Jl. Imam Bonjol Samarinda dan perusahaan olahan ikan di Bontang. Limbah tulang ikan direndam dengan air panas, dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari atau dioven pada suhu 110 °C selama 8 jam. Tulang ikan kering digerus dan serbuknya disaring menggunakan ayakan 200 mesh.

#### 3.4.2 Karbonisasi Serbuk Tulang Ikan

Serbuk tulang ikan yang sudah dikarbonisasi dengan suhu 500 °C dalam durasi 2 jam. Karbonisasi dilakukan menggunakan *muffle furnace*.

### **3.4.3 Sulfonasi Karbon Tulang Ikan**

Proses sulfonasi pada serbuk tulang ikan dilakukan dengan menambah asam sulfat 1 M untuk setiap gram serbuk tulang ikan. Campuran distirer selama 24 jam. Selanjutnya, campuran dicuci dengan akuades dan dikeringkan di oven semalaman pada 110 °C (Mittal dan Venkobachar, 1996).

### **3.4.4 Impregnasi Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi**

Setiap 1 gram daripada sampel karbon tulang ikan yang sudah disulfonasi diimpregnasi dalam 10 mL aseton yang mengandung (500, 1000, dan 1500  $\mu\text{mol}$ ) dari titanium (IV) isopropoksida dan diaduk sehingga keseluruhan aseton teruapkan dan selanjutnya dicuci tiga kali menggunakan etanol kemudian dikeringkan dengan oven pada 110°C semalaman.

### **3.4.5 Karakterisasi Katalis**

Sampel katalis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR, difraktometer sinar- $X$  (XRD), mikroskopi pengimbas elektron (SEM), dan isothermal adsorpsi desorpsi nitrogen diukur pada 77 K menggunakan *micromaritics*.

#### **3.4.5.1 Karakterisasi Katalis dengan FTIR**

Spektroskopi FTIR adalah cara mudah untuk mengidentifikasi kehadiran gugus fungsi tertentu dalam sampel katalis karbon tulang ikan tersulfonasi. Dalam penelitian ini, FTIR menggunakan teknik KBr dengan resolusi spektrum 2  $\text{cm}^{-1}$ , pemindaian 10 s, pada 20 °C.

#### 3.4.5.2 Karakterisasi Katalis dengan XRD

Kristalinitas sampel katalis karbon tuang ikan tersulfonasi dianalisis menggunakan XRD dengan sinaran Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) sebagai sinar monokromatik yang dibelaukan pada 40 kV dan 40 mA. Corak XRD ini dipindai pada rentang  $2\theta$  ( $^\circ$ ): 2- 60.

#### 3.4.5.3 Karakterisasi Katalis dengan SEM

Pengukuran menggunakan mikroskop pemindai elektron (SEM) dilakukan untuk menentukan ukuran, bentuk dan morfologi sampel karbon aktif. Morfologi permukaan daripada sampel diamati dengan *Low Vacuum Scanning Electron Microscopy* (LVSEM). Gambar SEM diatas partikel sampel diperoleh dengan menggunakan instrumen JEOL JSM-6390LV dengan potensial 15 kV.

#### 3.4.5.4 Karakterisasi Katalis dengan BET

Isoterma adsorpsi-desorpsi nitrogen diukur pada 77 K menggunakan alat Micromaritics. Luas permukaan ditentukan dari data adsorpsi nitrogen, menurut persamaan Brunauer-Emmett-Teller (persamaan 3.1), dengan menggunakan rentang data tekanan relatif ( $p/p_o$ ) dari 0,01–0,2. Volume pori total diperoleh dari jumlah N<sub>2</sub> teradsorpsi pada tekanan relatif 0,976, volume mikropori ditentukan menggunakan metode t-Plot. Distribusi ukuran pori (PDS) diukur menggunakan model Barrett-Joyner-Halenda (BJH) yaitu menggunakan BJH desorpsi  $Dv(d)$ . Sampel didekomposisi pada 150  $^\circ\text{C}$  selama 12 jam sebelum analisis.

$$\frac{1}{W((P_0/P)-1)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} \left( \frac{P}{P_0} \right) \dots\dots\dots(3.1)$$

W = berat gas yang teradsorpsi      W<sub>m</sub> = berat adsorbat sebagai lapisan tunggal  
P/P<sub>0</sub> = tekanan relatif                  C = konstanta BET

### 3.4.6 Pengujian Katalis Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi

Pengujian katalis dilakukan pada pengoksidaan stirena menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> encer sebagai pengoksida. 5 mmol stirena, 5 mmol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% encer, 4,5 mL asetonitril dan 100 mg katalis dicampur dalam botol sampel dan diaduk pada suhu ruang selama 24 jam (Zhan, dkk., 2009). Semua hasil kemudian dipisahkan dari katalis menggunakan sentrifuge. Konsentrasi hasil ditentukan dengan alat kromatografi gas dengan menggunakan kolom BPX5, suhu maksimum kolom: 360 °C panjang kolom: 30 m, diameter dalaman kolom: 0,25 mm dan ketebalan filem: 0,25 μm. Suhu injeksi dan pengesan masing-masing diprogramkan 250 °C dan 260 °C. Suhu kolom oven diprogramkan sebagai; 80 °C (1 min), 110 °C (0.5 min), 150 °C (0,5 min) dengan laju pemanasan 10 °C/min. Gas pembawa yang dialirkan didalam kolom adalah gas nitrogen dengan laju alir 3 mL menit<sup>-1</sup>. Dua parameter, yaitu konversi stirena (%) dan selektifitas produk (%) dihitung dengan merujuk pada penelitian sebelumnya (Persamaan 3.4 dan 3.5) (Cui, dkk., 2010; Tyagi, dkk., 2010).

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{\text{Area Stirena} - \text{Area stirena sisa}}{\text{area stirena}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.2)$$

$$\text{Selektivitas produk (\%)} = \frac{\text{GC luas puncak dari hasil}}{\text{GC luas puncak seluruh hasil}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.3)$$

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan modifikasi katalis  $\text{TiO}_2$  didukung karbon tulang ikan menggunakan metode impregnasi dengan variasi jumlah  $\text{TiO}_2$  sebesar 500, 1000, dan 1500  $\mu\text{mol}$ . Proses karbonisasi tulang ikan pada suhu  $500^\circ\text{C}$  dan dilakukan aktivasi secara kimiawi dengan metode sulfonasi. Sampel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan (a) spektroskopi FTIR untuk mengidentifikasi kehadiran gugus fungsi tertentu dalam katalis, (b) XRD untuk mengidentifikasi kristalinitas katalis, (c) SEM-EDX untuk menentukan morfologi dan komposisi unsur katalis, dan (d) adsorpsi-desorpsi nitrogen untuk melakukan isoterma adsorpsi-desorpsi, luas permukaan, volume pori dan ukuran pori.

#### 4.1 Preparasi Sampel

Tulang ikan untuk sampel karbon dikumpulkan, kemudian direndam dengan air panas untuk memisahkan daging yang masih menempel dengan tulangnya. Tulang ikan kering digerus dan serbuknya disaring menggunakan ayakan 200 mesh. Serbuk tulang ikan kemudian dikarbonasi menggunakan *muffle furnace*. Gambar 4.1 menunjukkan adanya perubahan warna pada serbuk tulang ikan setelah dikarbonasi, dari warna tulang ikan yang kekuningan menjadi hitam pekat.



Gambar 4.1 Perubahan warna serbuk tulang ikan sebelum dan sesudah dikarbonasi

Karbon tulang ikan kemudian disulfonasi dan *distirer* selama 24 jam, kemudian dicuci dengan akuades untuk mengeluarkan sisa asam yang tidak terikat atau terikat lemah dan setelah itu dikeringkan dan selanjutnya diimpregnasi. Sampel katalis dilabeli dengan nama  $\text{TiO}_2(\times)/\text{CFB}(\text{T})$ , yang mana simbol  $\times$  mewakili konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dan T mewakili suhu karbonisasi. Misalnya,  $\text{TiO}_2(500)/\text{CFB}500$  bermakna tulang ikan yang dikarbonisasi dengan suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan diimpregnasi dengan titanium isopropoksida  $500\ \mu\text{mol}$ . Kode untuk semua sampel dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Kode dan perlakuan pada sampel

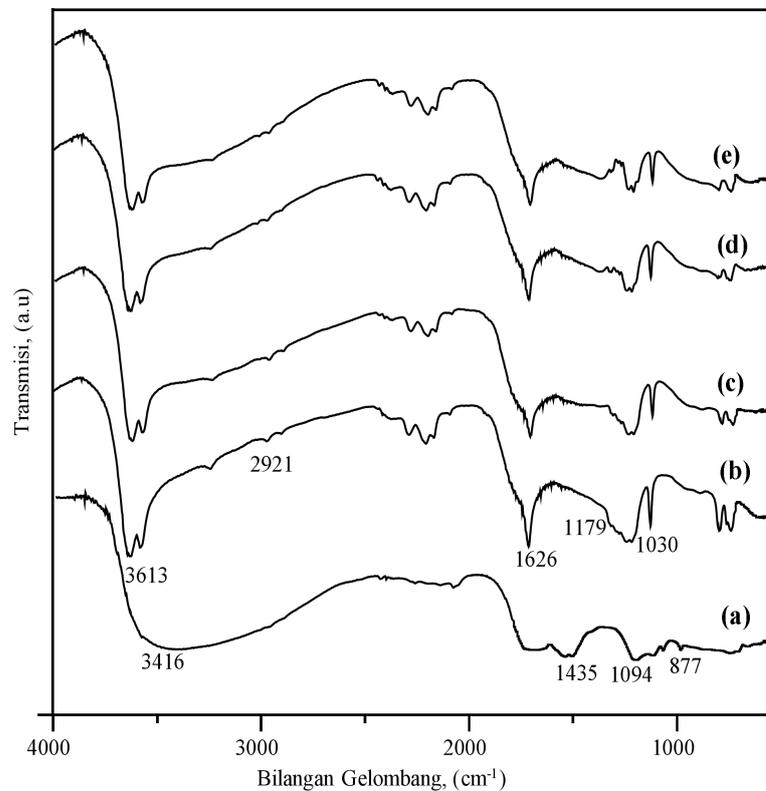
Katalis	Jenis perlakuan	Lama sulfonasi (jam)	Suhu karbonasi ( $^\circ\text{C}$ )	Waktu karbonasi (jam)	Impregnasi titanium ( $\mu\text{mol}$ )
Tanpa Katalis	-	-	-	-	-
$\text{TiO}_2$	-	-	-	-	-
CFB500	-	-	500	2	-
SCFB500	Sulfonasi	24	500	2	-
$\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB}500$	Sulfonasi	24	500	2	500
$\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB}500$	Sulfonasi	24	500	2	1000
$\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB}500$	Sulfonasi	24	500	2	1500

#### 4.2 Karakterisasi Katalis TiO<sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi Menggunakan FTIR

Spektra FTIR dari katalis ini ditampilkan pada Gambar 4.2. Identifikasi puncak IR dirangkum pada Tabel 4.2. Semua spektrum sampel mempunyai puncak serapan pada rentang 3200-3600 dan 1626 cm<sup>-1</sup> yang merupakan frekuensi *stretching* O–H yang mengindikasikan keberadaan molekul air yang teradsorpsi. Spektra (a) memiliki banyak perbedaan dengan spektra lain (b-e) yang disebabkan karena tidak dilakukannya sulfonasi pada sampel (a). Sulfonasi membuat puncak serapan O-H pada spektra (b-e) berubah menjadi 2 puncak mengerucut yang bisa mengindikasikan ikatan N-H, tetapi karena karakterisasi EDX tidak menunjukkan adanya unsur N (nitrogen), indikasi adanya ikatan N-H dapat diabaikan. Puncak serapan pada 2921 cm<sup>-1</sup> adalah mode *stretching* simetris dan asimetris dari C–H aromatik dan alifatik.

Tabel 4.2 Gugus Fungsi dari spektra FTIR yang terdapat pada (a) CFB500, (b) SCFB500, (c) TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500, (d) TiO<sub>2</sub>(1000)/SCFB500 dan (e) TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )					Literatur
	a	b	c	d	e	
O-H <i>stretching</i>	3416	3613	3613	3613	3613	3650-3200
C-H <i>stretching</i>	2921	2921	2921	2921	2921	2935-2915
C–O <i>stretching</i>	1435	1626	1626	1626	1626	~1500
P–O <i>stretching</i>	1094	1094	1094	1094	1094	1230-1190
S–O–Si <i>simetric</i>	1179	1179	1179	1179	1179	1110-1080
S=O <i>stretching</i>	-	1030	1030	1030	1030	1070-1030



Gambar 4.2 Spektra FTIR dari (a) CFB500, (b) SCFB500, (c)  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ , (d)  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$  dan (e)  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$

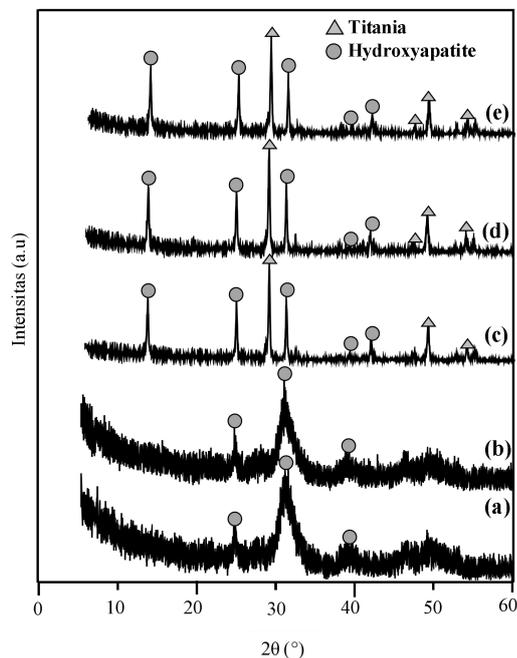
Pita serapan pada rentang  $1050\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$  berkaitan dengan *stretching* C–O yang berkorelasi dengan ion karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ). Pita serapan  $1094\text{ cm}^{-1}$  berkaitan dengan *stretching* P–O yang berkorelasi dengan ion fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ). Kemunculan kedua gugus ini membuktikan adanya hidroksiapatit dalam sampel. Puncak serapan pada  $1179\text{ cm}^{-1}$  disebabkan oleh vibrasi simetri dari S–O–Si dan puncak serapan  $1030\text{ cm}^{-1}$  adalah *stretching* simetris dari S=O dan deformasi  $\text{SO}_2$ . Kedua puncak serapan ini merepresentasikan pelekatan gugus  $\text{SO}_3\text{H}$  pada permukaan sampel katalis setelah proses sulfonasi. Sedangkan, puncak serapan untuk vibrasi Ti=O setelah proses impregnasi tidak terlihat jelas pada rentang

900-1000  $\text{cm}^{-1}$ , hal ini dapat disebabkan oleh terlalu sedikitnya  $\text{TiO}_2$  yang terimpregnasi pada karbon.

#### **4.3 Karakterisasi Katalis $\text{TiO}_2$ Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X**

Difraktogram sampel ditampilkan pada Gambar 4.3. Pada sampel CFB500, SCFB500,  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ ,  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$ , dan  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$  memiliki puncak difraksi yang sama pada  $2\theta = 25,8$ ;  $32,0$ ; dan  $39,5^\circ$ , yang menunjukkan adanya hidroksiapatit pada sampel. Pada sampel  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ ,  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$ , dan  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$  memiliki puncak difraksi yang sama pada  $2\theta = 14,7^\circ$  yang menunjukkan adanya hidroksiapatit dan  $2\theta = 31,7$ ;  $54,0$ ; dan  $55,2^\circ$ , yang mengidentifikasi  $\text{TiO}_2$ .

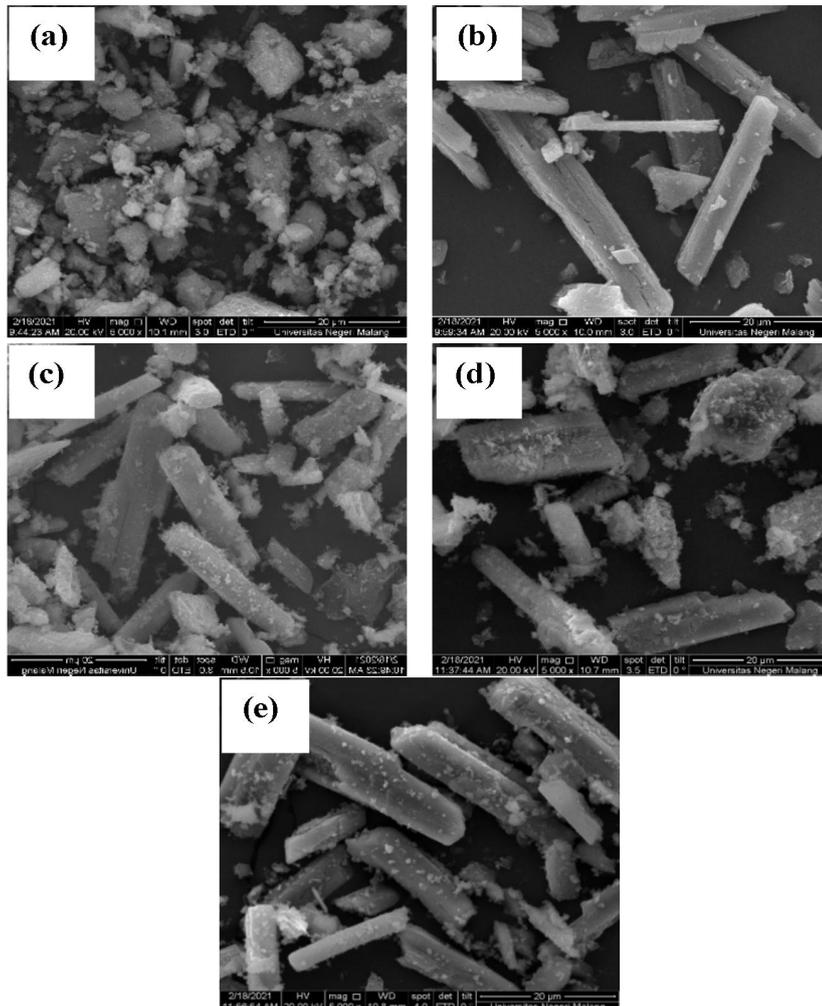
Pada difraktogram CFB500 dan SCFB500 dapat dideteksi bahwa kedua fase adalah amorf karena puncak yang luas dan tidak intens seperti pada difraktogram  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ ,  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$ , dan  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$ . Hal ini disebabkan karena hamburan dari berbagai arah dibandingkan dengan hamburan kisi pada kristal yang memberikan puncak yang intens dan sempit.



Gambar 4.3 Difraktogram XRD dari (a) CFB500, (b) SCFB500, (c)  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ , (d)  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$  dan (e)  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$

#### 4.4 Karakterisasi Katalis $\text{TiO}_2$ Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi Menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX)

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan mengetahui morfologi katalis dan EDX untuk mengidentifikasi unsur yang terkandung dalam katalis. Morfologi katalis ditampilkan pada Gambar 4.4. Proses sulfonasi mengubah morfologi katalis CFB500 yang tidak beraturan menjadi kubus setelah sulfonasi pada CFBS500. Deposisi  $\text{TiO}_2$  pada katalis membuat morfologi permukaan menjadi kasar dan menunjukkan  $\text{TiO}_2$  terimpregnasi kuat pada karbon tersulfonasi.



Gambar 4.4 Karakterisasi SEM dari (a) CFB500, (b) SCFB500, (c)  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ , (d)  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$  dan (e)  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$

Hasil analisa EDX memperlihatkan adanya unsur S dan Ti pada katalis. Hal ini, membuktikan bahwa telah terjadinya proses sulfonasi dan impregnasi  $\text{TiO}_2$ . Presentase unsur-unsur yang terkandung dalam sampel katalis ditampilkan pada Tabel 4.3. Proses sulfonasi dapat menyebabkan penghilangan pada unsur Na, Mg, P, dan Si pada karbon yang dapat dilihat antara CFB500 dan katalis yang telah diimpregnasi. Fenomena penghilangan ini juga terjadi ketika proses impregnasi, dimana unsur S berkurang secara signifikan pada

TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500, TiO<sub>2</sub>(1000)/SCFB500, dan TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500 dibandingkan pada SCFB500.

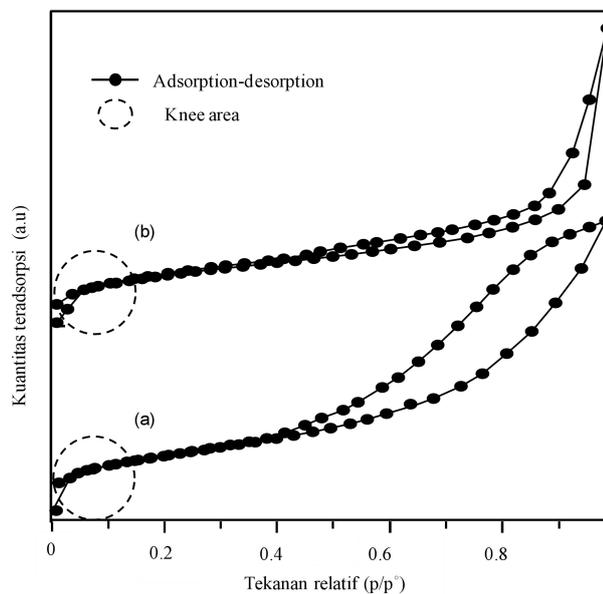
Tabel 4.3 Komposisi unsur-unsur penyusun katalis TiO<sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan tersulfonasi

Katalis	Konsentrasi Unsur (wt. %)								
	C	O	Na	Mg	Si	P	Ca	Ti	S
CFB500	20,55	34,34	1,71	0,63	0,44	12,91	28,91	0,52	-
SCFB500	10,31	33,45	-	-	-	-	30,96	0,31	24,97
TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500	32,39	33,72	-	-	-	-	17,61	1,65	14,63
TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500	41,52	33,32	-	-	-	-	13,73	1,31	10,12
TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500	35,37	34,33	-	-	-	-	16,15	2,00	12,15

#### 4.5 Kajian Katalis TiO<sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi dengan Isoterm Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen

Kajian fungsi konsentrasi zat terlarut yang terserap pada zat padat terhadap konsentrasi larutan menggunakan Micromatics *Accelerated Surface Area and Porosemity System (ASAP)*. Data isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen ditunjukkan pada Gambar 4.5. Semua isoterm sampel adalah Tipe IV dalam klasifikasi IUPAC. Isoterm khas dari material mesopori Tipe IV adalah *knee area* (lengkungan). Data isoterm fisisorpsi dari CFB500 dan TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500 membuktikan proses sulfonasi dan impregnasi tidak mempengaruhi sifat mesopori katalis. Histerisis *loops* terjadi ketika cabang desorpsi lebih tinggi daripada cabang adsorpsi, bersama dengan munculnya kondensasi kapiler. Proses sulfonasi hanya

mempengaruhi histeresis *loops* yang menyempit. Hal ini berhubungan dengan penurunan luas permukaan setelah proses sulfonasi.



Gambar 4.5 Isoterm fisisorpsi (a) CFB500 dan (b)  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$

Luas permukaan BET, volume pori, dan ukuran pori rata-rata dari CFB500, SCFB500,  $\text{TiO}_2(500)/\text{CFB500}$ ,  $\text{TiO}_2(1000)/\text{CFB500}$ , dan  $\text{TiO}_2(1500)/\text{CFB500}$  diperoleh dari analisis adsorpsi-desorpsi nitrogen yang ditampilkan pada Tabel 4.4. Distribusi ukuran pori dari semua katalis adalah lebih dari 2 nm, menunjukkan adanya mesopori yang seragam. Data luas permukaan BET dan volume pori menunjukkan penurunan setelah sulfonasi dan kembali mengalami peningkatan setelah impregnasi. Penurunan setelah sulfonasi disebabkan proses sulfonasi yang dapat melarutkan unsur-unsur yang tak terikat kuat dalam karbon, hal ini sesuai dengan hasil gambar SEM, yang mana partikel-partikel kecil berubah bentuk menjadi kuboid setelah sulfonasi sehingga

menurunkan luas permukaan BET dan volume pori. Proses impregnasi dapat meningkatkan luas permukaan BET dan volume pori yang disebabkan oleh peningkatan jumlah titanium yang diimpregnasi ke dalam karbon.

Tabel 4.4 Luas permukaan BET, volume pori, dan ukuran pori rata-rata katalis

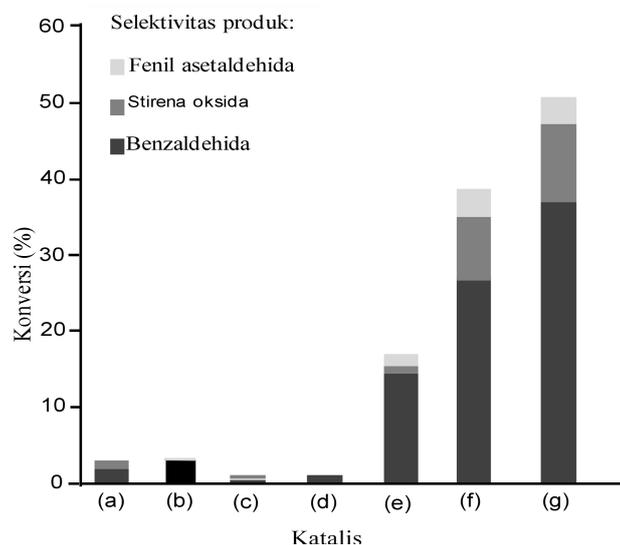
Katalis	Luas Permukaan BET (m <sup>2</sup> /g)	Volume Pori (cm <sup>3</sup> /g)	Ukuran pori rata-rata (nm)
CFB500	106,4	0,249	4,7
SCFB500	6,8	0,0147	4,3
TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500	13,9	0,0350	5,0
TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500	23,3	0,0352	3,0
TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500	33,1	0,0540	3,3

#### 4.6 Uji Aktivitas Katalis TiO<sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena

Uji reaksi oksidasi stirena menggunakan katalis TiO<sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan tersulfonasi dilakukan dengan hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) encer sebagai oksidan. Reaksi dilakukan dengan mencampurkan 100 mg katalis, 5 mmol stirena, 5 mmol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, dan 4,5 mL asetonitril, kemudian *distirer* selama 24 jam pada suhu ruang. Aktivitas katalis dari oksidasi stirena ditampilkan pada Gambar 4.6. Oksidasi stirena menggunakan katalis TiO<sub>2</sub> dengan pendukung menunjukkan aktivitas katalis yang lebih tinggi dibandingkan katalis TiO<sub>2</sub> murni dan karbon pendukung saja. Katalis TiO<sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan tersulfonasi mengandung gugus sulfonat sebagai gugus polar untuk adsorpsi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan

hidroksiapatit sebagai gugus nonpolar untuk adsorpsi stirena. Dengan menurunkan resistensi perpindahan massa,  $\text{TiO}_2$  (situs aktif katalis) dapat mengkatalisis stirena menjadi benzaldehid setelah stirena dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  teradsorpsi.

Pengaruh variasi jumlah  $\text{TiO}_2$  yang diimpregnasi pada pendukung katalis ditunjukkan pada kinerja katalis  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ ,  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$  dan  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$ . Peningkatan jumlah  $\text{TiO}_2$  sebagai situs aktif dari 500 menjadi 1500  $\mu\text{mol}$  dapat meningkatkan konversi stirena sebanyak 34%.



Gambar 4.6 Perbandingan kinerja katalitik (a) tanpa katalis, (b)  $\text{TiO}_2$ , (c) CFB500, (d) SCFB500, (e)  $\text{TiO}_2(500)/\text{SCFB500}$ , (f)  $\text{TiO}_2(1000)/\text{SCFB500}$  dan (g)  $\text{TiO}_2(1500)/\text{SCFB500}$

#### 4.7 Modifikasi Katalis $\text{TiO}_2$ Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi untuk Oksidasi Stirena dalam Perspektif Islam

Pada Q.S an-Nahl ayat 14 telah dijelaskan bahwa laut merupakan sumber daya dan nikmat Allah yang sangat besar, selain itu laut juga dapat membawa bencana yang disebabkan faktor alam dan sebagian lagi karena ulah manusia

sendiri. Telah banyak bencana di muka bumi yang disebabkan oleh tangan-tangan manusia, hal ini tercantum pada Q.S ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

*Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan perbuatan tangan manusia. (Melalui hal itu) Allah membuat mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”*

Ibnu 'Asyur menafsirkan ayat ini, bahwa Allah telah menciptakan alam semesta dengan suatu sistem yang serasi dan seimbang, sesuai dengan kemaslahatan manusia. Akan tetapi, terkadang manusia sendiri yang merusak keseimbangan itu. Kata *al-fasād* bermakna rusak, binasa, busuk (Yunus, 1972) yang pada ayat ini menjelaskan betapa buruknya kondisi di bumi, di darat maupun di laut, di mana manusia mengambil manfaat (Lajnah Pentashihan Mushaf al-Qur'an, 2009). Biasanya limbah tulang ikan dari perusahaan amplang dibuang langsung ke laut atau Tempat Pembuangan Akhir (TPA) bersama dengan bagian lain yang tidak digunakan seperti, kepala, sisik, dan kulit. Limbah tulang ikan memiliki karakteristik fisik berupa zat padat dan berbau. Jika dibuang keperairan akan merubah karakteristik kimia berupa *Biological Oxygen Demand* (BOD), *Dissolved Oxygen* (DO), *Chemical Oxygen Demand* (COD) perairan tersebut dan memperburuk kualitas perairan. Jika dalam bentuk limbah padat, penumpukan tulang ikan yang mengandung biomassa dapat mengalami pembusukan anaerobik yang menghasilkan gas metana. Gas metana ini mempercepat penipisan ozon dan

dapat memicu kebakaran. Selain itu, dapat menghasilkan air lindi yang mencemari kualitas tanah dan air.

Modifikasi katalis  $\text{TiO}_2$  didukung karbon tulang ikan tersulfonasi ini bertujuan untuk mengolah tulang ikan dan mempercepat reaksi oksidasi stirena sehingga mengurangi limbah yang dapat merusak lingkungan. Pemanfaatan tulang ikan sebagai material pendukung karbon dalam penelitian ini adalah implementasi dari Q.S al-Baqarah: 29

هُوَ الَّذِي خَلَقَ لَكُمْ مَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا ثُمَّ اسْتَوَىٰ إِلَى السَّمَاءِ فَسَوَّاهُنَّ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ وَهُوَ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ

*Artinya: "Dialah (Allah) yang menciptakan segala yang ada di bumi untukmu, kemudian Dia menuju ke langit, lalu Dia menyempurnakannya menjadi tujuh langit. Dia Maha Mengetahui segala sesuatu."*

Atas kekuasaan Allah, segala sesuatu yang ada di bumi untuk kemaslahatan manusia. Dari ayat ini, muncul kaidah fikih yang menyatakan, "*Al-aşlu fil-asyya'i al-ibāḥatu ḥattā ya'ti ad-dalīl 'alal-ḥaẓar*", asal segala sesuatu adalah boleh hingga datang keterangan yang mengharamkannya. Ini artinya memanfaatkan segala sesuatu yang ada di bumi ini dibolehkan, termasuk tulang ikan, hingga ada keterangan yang melarangnya (Lajnah Pentashihan Mushaf al-Qur'an, 2009).

Hasil dari modifikasi katalis  $\text{TiO}_2$  didukung karbon tulang ikan tersulfonasi untuk oksidasi stirena memiliki aktivitas katalis lebih tinggi dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  murni dan karbon pendukung saja. Hal ini disebabkan oleh kandungan gugus sulfonat dari proses sulfonasi dan hidroksiapatit dari karbon pendukung yang ditunjukkan pada spektra FTIR dan proses impregnasi

meningkatkan luas permukaan BET dan luas permukaan pori yang dapat memaksimalkan kerja katalis. Karakterisasi SEM-EDX menunjukkan adanya perubahan morfologi dan penghilangan mineral pada karbon. Difraktogram XRD menunjukkan adanya perubahan fase dari fase amorf menjadi kristal setelah karbon diimpregnasi oleh TiO<sub>2</sub>. Peningkatan aktivitas katalis juga terlihat seiring dengan peningkatan jumlah TiO<sub>2</sub> yang diimpregnasi dari 17,1% menjadi 51,1% sehingga dapat menjadi alternatif untuk pembuatan benzaldehid yang dimanfaatkan pada berbagai bidang industri seperti, farmasi, kosmetik dan parfum sebagai *flavoring agent*. Harapannya, dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai jenis tulang ikan yang digunakan dan suhu karbonisasi sehingga hasil dari penelitian ini dapat diaplikasikan dan menjadi implementasi al-Qur'an dalam kehidupan secara menyeluruh sehingga dapat menjadi pribadi *ahlul Qur'an* seperti pada hadits:

حَدَّثَنَا بَكْرُ بْنُ خَلْفٍ أَبُو بَشِيرٍ حَدَّثَنَا عَبْدُ الرَّحْمَنِ بْنُ مَهْدِيٍّ حَدَّثَنَا عَبْدُ الرَّحْمَنِ بْنُ بُدَيْلٍ عَنْ أَبِيهِ عَنْ أَنَسِ بْنِ مَالِكٍ قَالَ قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ إِنَّ لِلَّهِ أَهْلِينَ مِنَ النَّاسِ قَالُوا يَا رَسُولَ اللَّهِ مَنْ هُمْ قَالَ هُمْ أَهْلُ الْقُرْآنِ أَهْلُ اللَّهِ وَخَاصَّتُهُ ُ

Artinya: “Telah menceritakan kepada kami Bakr bin Khalaf Abu Bisr berkata, telah menceritakan kepada kami Abdurrahman bin Mahdi berkata, telah menceritakan kepada kami Abdurrahman bin Budail dari Bapaknyanya dari Anas bin Malik ia berkata; Rasulullah shallallahu 'alaihi wasallam bersabda: "Sesungguhnya Allah mempunyai banyak ahli (wali) dari kalangan manusia." Para sahabat bertanya; "Ya Rasulullah, siapakah mereka itu?" beliau menjawab: "Mereka adalah ahlul Qur'an, mereka adalah para ahli dan orang khusus Allah."” (Riwayat Ahmad dan Ibnu Majah, dishahihkan al-Albani dalam shahih Ibnu Majah)

Ciri mendasar *ahlul Qur'an* adalah tekun membacanya, memahami dengan benar, mentadabburi maknanya, dan mengamalkannya. Menurut Syaikh Shalih al-Fauzan, “Yang dimaksud *Ahlul-Qur'an* (sejati) adalah yang mengamalkannya, meskipun ia belum hafal. Orang-orang yang mengamalkan al-Qur'an, menjalankan perintah dan menjauhi larangan, serta tidak melanggar batasan-batasan yang digariskan al-Qur'an.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, modifikasi katalis TiO<sub>2</sub> didukung karbon tulang ikan berhasil dilakukan. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya hidroksiapatit dan gugus sulfat hasil sulfonasi. Karakterisasi XRD seluruh katalis memiliki puncak difraksi yang sama pada  $2\theta = 25,8; 32,0; \text{ dan } 39,5^\circ$  yang menunjukkan adanya hidroksiapatit. Sedangkan pada katalis diimpregnasi TiO<sub>2</sub> memiliki puncak difraksi yang sama pada  $2\theta = 31,7; 54,0; \text{ dan } 55,2^\circ$ , yang mengidentifikasi adanya TiO<sub>2</sub>. Karakterisasi SEM menunjukkan bahwa katalis memiliki morfologi kubus setelah disulfonasi dan permukaan yang kasar setelah diimpregnasi. Pada data isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen menunjukkan semua isoterm sampel adalah tipe IV dalam klasifikasi IUPAC yang bersifat mesopori. Sedangkan pada uji aktivitas katalis, oksidasi stirena menggunakan katalis variasi impregnasi TiO<sub>2</sub> dari 500 menjadi 1500  $\mu\text{mol}$  dengan pendukung menunjukkan adanya peningkatan aktivitas katalis sebesar 34% .

#### 5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan perlu dilakukan penelitian lanjutan mengenai jenis tulang ikan dan variasi metode dan suhu karbonisasi yang digunakan untuk mengetahui lebih lanjut pengaruhnya pada aktivitas katalis.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adam, F. dan Iqbal, A. 2010. The oxidation of styrene by chromium-silica heterogeneous catalyst prepared from rice husk. *Chemical Engineering Journal*, 160(2): 742–750.
- Ali, I., Suhail, M., Alothman, Z.A. dan Alwarthan, A. 2018. Recent advances in syntheses, properties and applications of TiO<sub>2</sub> nanostructures. *RSC Advances*, 8(53): 30125–30147.
- Anggresani, L., Perawati, S. dan Juni Rahayu, I. 2019. Limbah Tulang Ikan Tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) Sebagai Sumber Kalsium Pada Pembuatan Hidroksiapatit. *Jurnal Katalisator*, 4(2): 133.
- Araña, J., Doña-Rodríguez, J.M., Tello Rendón, E., Garriga I Cabo, C., González-Díaz, O., Herrera-Melián, J.A., Pérez-Peña, J., Colón, G. dan Navío, J.A. 2003. TiO<sub>2</sub> activation by using activated carbon as a support: Part I. Surface characterisation and decantability study. *Applied Catalysis B: Environmental*, 44(2): 161–172.
- Asencios, Y.J.O., Lourenço, V.S. dan Carvalho, W.A. 2020. Removal of phenol in seawater by heterogeneous photocatalysis using activated carbon materials modified with TiO<sub>2</sub>. *Catalysis Today*.
- Asiltürk, M. dan Şener, Ş. 2012. TiO<sub>2</sub>-activated carbon photocatalysts: Preparation, characterization and photocatalytic activities. *Chemical Engineering Journal*, 180(2012): 354-363.
- Bagheri, S., Muhd Julkapli, N. dan Bee Abd Hamid, S. 2014. Titanium dioxide as a catalyst support in heterogeneous catalysis. *Scientific World Journal*, 2014: 1-21.
- Carlucci, C., Degennaro, L. dan Luisi, R. 2019. Titanium dioxide as a catalyst in biodiesel production. *Catalysts*, 9(1): 1-25.
- Christensen, C.H. dan Nørskov, J.K. 2008. A molecular view of heterogeneous catalysis. *Journal of Chemical Physics*, 128(18): 1-9.
- Cui, H., Zhang, Y., Qiu, Z., Zhao, L. dan Zhu, Y. 2010. Synthesis and characterization of cobalt-substituted SBA-15 and its high activity in epoxidation of styrene with molecular oxygen. *Applied Catalysis B: Environmental*, 101(1–2): 45–53.
- Dong, H., Zeng, G., Tang, L., Fan, C., Zhang, C., He, X. dan He, Y. 2015. An overview on limitations of TiO<sub>2</sub>-based particles for photocatalytic

- degradation of organic pollutants and the corresponding countermeasures. *Water Research*, 79: 128–146.
- El-Sheikh, A.H., Al-Degs, Y.S., Newman, A.P. dan Lynch, D.E. 2007. Oxidized activated carbon as support for titanium dioxide in UV-assisted degradation of 3-chlorophenol. *Separation and Purification Technology*, 54(1): 117–123.
- Fadhel, A.Z., Pollet, P., Liotta, C.L. dan Eckert, C.A. 2010. Combining the benefits of homogeneous and heterogeneous catalysis with tunable solvents and nearcritical water. *Molecules*, 15(11): 8400–8424.
- Goscianska, J., Nowak, I., Nowicki, P. dan Pietrzak, R. 2012. The influence of silver on the physicochemical and catalytic properties of activated carbons. *Chemical Engineering Journal*, 189–190: 422–430.
- Heidarinejad, Z., Dehghani, M.H., Heidari, M., Javedan, G., Ali, I. dan Sillanpää, M. 2020. Methods for preparation and activation of activated carbon: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 18(2): 393–415.
- Ijadpanah-Saravy, H., Safari, M., Khodadadi-Darban, A. dan Rezaei, A. 2014. Synthesis of Titanium Dioxide Nanoparticles for Photocatalytic Degradation of Cyanide in Wastewater. *Analytical Letters*, 47(10): 1772–1782.
- Lajnah Pentashihan Mushaf al-Qur'an. 2009. *Pelestarian Lingkungan Hidup*. Lajnah Pentashihan Mushaf al-Qur'an.
- Lam, E. dan Luong, J.H.T. 2014. Carbon materials as catalyst supports and catalysts in the transformation of biomass to fuels and chemicals. *ACS Catalysis*, 4(10): 3393–3410.
- Lázaro, M.J., Gálvez, M.E., Ruiz, C., Juan, R. dan Moliner, R. 2006. Vanadium loaded carbon-based catalysts for the reduction of nitric oxide. *Applied Catalysis B: Environmental*, 68(3–4): 130–138.
- Lee, S.Y. dan Park, S.J. 2013. TiO<sub>2</sub> photocatalyst for water treatment applications. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 19(6): 1761–1769.
- Lu, X. dan Yuan, Y. 2009. Copper-containing hexagonal mesoporous silicas for styrene epoxidation using tert-butylhydroperoxide. *Applied Catalysis A: General*, 365(2): 180–186.
- Martins, A.C., Cazetta, A.L., Pezoti, O., Souza, J.R.B., Zhang, T., Pilau, E.J., Asefa, T. dan Almeida, V.C. 2017. Sol-gel synthesis of new TiO<sub>2</sub>/activated carbon

- photocatalyst and its application for degradation of tetracycline. *Ceramics International*, 43(5): 4411–4418.
- Mesones, S., Mena, E., López Muñoz, M.J., Adán, C. dan Marugán, J. 2020. Synergistic and antagonistic effects in the photoelectrocatalytic disinfection of water with TiO<sub>2</sub> supported on activated carbon as a bipolar electrode in a novel 3D photoelectrochemical reactor. *Separation and Purification Technology*, 247: 117002.
- Mittal, A.K. dan Venkobachar, C. 1996. Uptake of Cationic Dyes by Sulfonated Coal: Sorption Mechanism. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 35(4): 1472–1474.
- Ni, M., Leung, M.K.H., Leung, D.Y.C. dan Sumathy, K. 2007. A review and recent developments in photocatalytic water-splitting using TiO<sub>2</sub> for hydrogen production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11(3): 401–425.
- Nurhadi, M. 2017. Utilization low rank coal bottom ash as TiO<sub>2</sub> support for oxidation catalyst of styrene with hydrogen peroxide aqueous. *Key Engineering Materials*, 733: 12–16.
- Nurhadi, M., Efendi, J., Ling, L.S., Mahli, T.M.I., Siong, H.C., Yuan, L.S., Chandren, S. dan Nur, H. 2014. Titanium dioxide-supported sulfonated low rank coal as catalysts in the oxidation of styrene with aqueous hydrogen peroxide. *Jurnal Teknologi (Sciences and Engineering)*, 69(5): 71–79.
- Nurhadi, M., Kusumawardani, R. dan Nur, H. 2018. Negative effect of calcination to catalytic performance of coal char-loaded TiO<sub>2</sub> catalyst in styrene oxidation with hydrogen peroxide as oxidant. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 13(1): 113–118.
- Przepiórski, J., Yoshizawa, N. dan Yamada, Y. 2001. Activated carbons containing TiO<sub>2</sub>: Characterization and influence of a preparation method on the state of TiO<sub>2</sub> supported. *Journal of Materials Science*, 36(17): 4249–4257.
- Rodríguez-Reinoso, F. dan Sepulveda-Escribano, A. 2008. Carbon as Catalyst Support. *Carbon Materials for Catalysis*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Roduner, E. 2014. Understanding catalysis. *Chemical Society Reviews*, 43(24): 8226–8239.
- Sakthivel, B., Josephine, D.S.R., Sethuraman, K. dan Dhakshinamoorthy, A. 2018. Oxidation of styrene using TiO<sub>2</sub>-graphene oxide composite as solid heterogeneous catalyst with hydroperoxide as oxidant. *Catalysis Communications*, 108: 41–45.

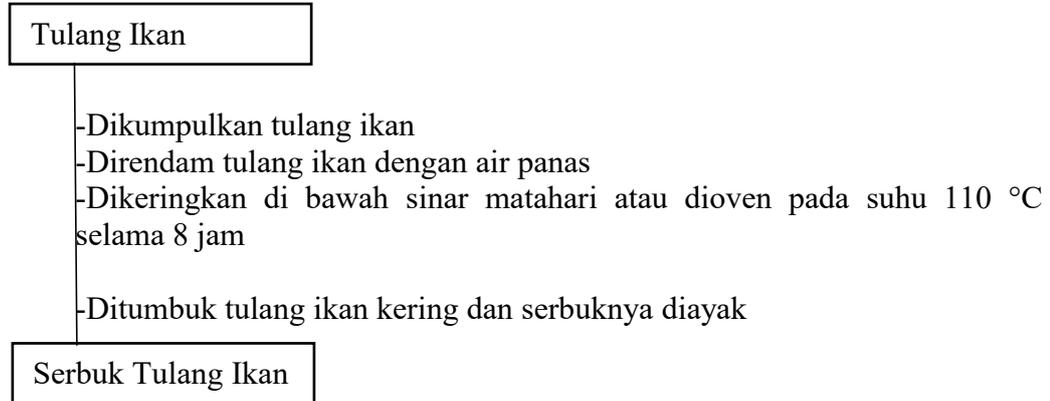
- Sánchez, J.A., Hernández, D.L., Moreno, J.A., Mondragón, F. dan Fernández, J.J. 2011. Alternative carbon based acid catalyst for selective esterification of glycerol to acetylgllycerols. *Applied Catalysis A: General*, 405(1–2): 55–60.
- Scarpelli, F., Mastropietro, T.F., Poerio, T. dan Godbert, N. 2018. Mesoporous TiO<sub>2</sub> Thin Films: State of the Art. *Titanium Dioxide - Material for a Sustainable Environment*. [page 57-80]. London: IntechOpen.
- Septiani, U., Gustiana, M. dan S. 2015. Pembuatan Dan Karakterisasi Katalis TiO<sub>2</sub>/Karbon Aktif Dengan Metode Solid State. *Jurnal Riset Kimia*, 9(1): 34.
- Shayegan, Z., Lee, C.S. dan Haghghat, F. 2018. TiO<sub>2</sub> photocatalyst for removal of volatile organic compounds in gas phase—A review. *Chemical Engineering Journal*, 334: 2408–2439.
- Somsesta, N., Sricharoenchaikul, V. dan Aht-Ong, D. 2020. Adsorption removal of methylene blue onto activated carbon/cellulose biocomposite films: Equilibrium and kinetic studies. *Materials Chemistry and Physics*, 240: 122221.
- Sun, S., Zhao, R., Xie, Y. dan Liu, Y. 2019. Photocatalytic degradation of aflatoxin B1 by activated carbon supported TiO<sub>2</sub> catalyst. *Food Control*, 100: 183–188.
- Tadda, M.A., Ahsan, A., Shifu, A., ElSergany, M., Arunkumar, T., Jose, B., Razzaque, Abdur, M. dan Daud, Nik, N.N. 2018. A Review on Activated Carbon from Biowaste : Process , Application and Prospects. *Journal of Advanced Civil Engineering Practice and Research*, 5(3): 82–83.
- Taffarel, S.R., Lansarin, M.A. dan Moro, C.C. 2011. Styrene photocatalytic degradation reaction kinetics. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 22(10): 1872–1879.
- Tsao, K.C. dan Yang, H. 2018. Oxygen reduction catalysts on nanoparticle electrodes. *Encyclopedia of Interfacial Chemistry: Surface Science and Electrochemistry*. [page 769-811]. Amsterdam: Elsevier.
- Tušar, N.N., Kaučič, V. dan Logar, N.Z. 2013. Functionalized Porous Silicates as Catalysts for Water and Air Purification. *New and Future Developments in Catalysis: Hybrid Materials, Composites, and Organocatalysts* [page 365-383]. Amsterdam: Elsevier

- Tyagi, B., Shaik, B. dan Bajaj, H.C. 2010. Epoxidation of styrene with molecular O<sub>2</sub> over sulfated Y-ZrO<sub>2</sub> based solid catalysts. *Applied Catalysis A: General*, 383(1–2): 161–168.
- Uguina, M.A., Serrano, D.P., Sanz, R., Fierro, J.L.G., López-Granados, M. dan Mariscal, R. 2000. Preliminary study on the TS-1 deactivation during styrene oxidation with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Catalysis Today*, 61(1): 263–270.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono dan Eko, S. 2006. Preparation and Characterization of TiO<sub>2</sub>-Zeolite and Its Application to Degrade Textille Wastewater by Photocatalytic Method. *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(3): 231–237.
- Wang, X., Zhang, X., Wang, Y., Liu, H., Qiu, J., Wang, J., Han, W. dan Yeung, K.L. 2011. Performance of TS-1-coated structured packing materials for styrene oxidation reaction. *ACS Catalysis*, 1(5): 437–445.
- Zhan, W., Guo, Y., Wang, Y., Guo, Y., Liu, X., Wang, Y., Zhang, Z. dan Lu, G. 2009. Study of higher selectivity to styrene oxide in the epoxidation of styrene with hydrogen peroxide over la-doped MCM-48 catalyst. *Journal of Physical Chemistry C*, 113(17): 7181–7185.
- Zhuang, J., Ma, D., Yan, Z., Liu, X., Han, X., Bao, X., Zhang, Y., Guo, X. dan Wang, X. 2004. Effect of acidity in TS-1 zeolites on product distribution of the styrene oxidation reaction. *Applied Catalysis A: General*, 258(1): 1–6.

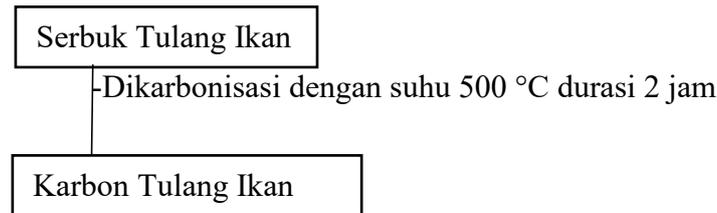
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Kerja Modifikasi Katalis $\text{TiO}_2$ Didukung Karbon Tersulfonasi

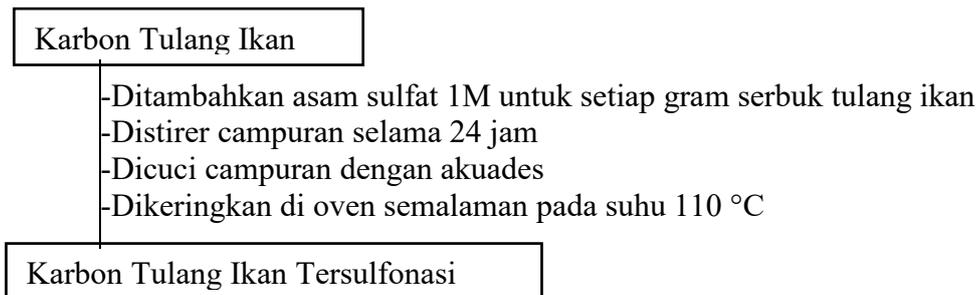
#### 1. Penyiapan Bahan Mentah dan Pembuatan Serbuk Tulang Ikan



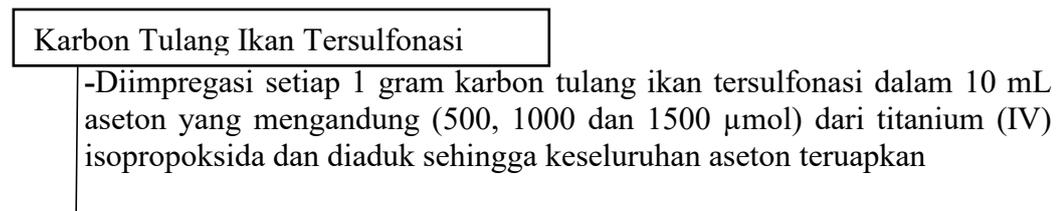
#### 2. Karbonisasi Serbuk Tulang Ikan



#### 3. Sulfonasi Karbon Tulang Ikan



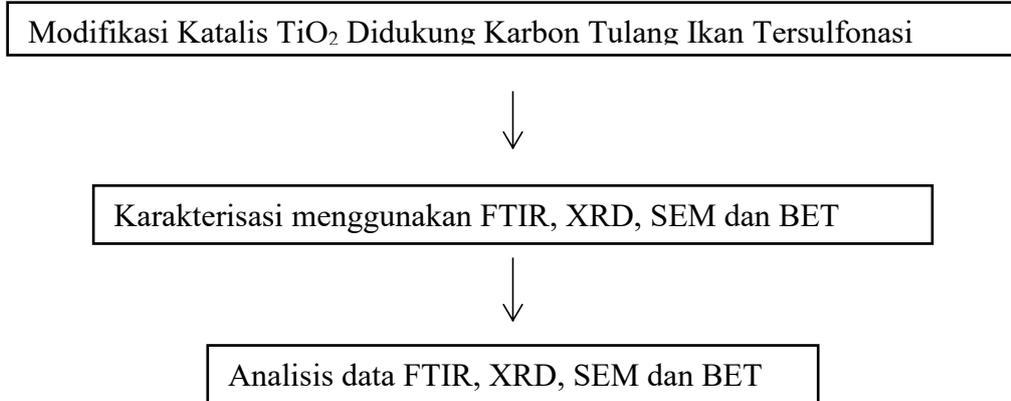
#### 4. Impregnasi Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi



- Dicuci 3 kali dengan etanol menggunakan sentrifuge
- Dikeringkan pada 110 °C di oven selama semalaman

Katalis TiO<sub>2</sub> Didukung Karbon Tulang Ikan Tersulfonasi

## Lampiran 2. Rancangan Penelitian



### Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

#### 1. Perhitungan Volume Titanium Isopropoksida 500, 1000, 1500 $\mu\text{mol}$

Diketahui: -Titanium (IV) isopropoksida

$$\text{- MR} = 284,2 \text{ gr/mol}$$

$$\text{- K} = 97\% = 0,97$$

$$\text{- } \rho = 0,96 \text{ g/mL}$$

$$\text{- } \underline{500 \mu\text{mol} = 5 \times 10^{-4} \text{ mol}}$$

$$\text{mol} = \frac{\rho KV}{MR}$$

$$5 \times 10^{-4} \text{ mol} = \frac{0,96 \text{ gr/mL} \times 0,97 \times V}{284,2 \text{ gr/mol}}$$

$$V = \frac{5 \times 10^{-4} \text{ mol} \times 284,2 \text{ gr/mol}}{0,96 \text{ gr/mL} \times 0,97}$$

$$V = 0,1526 \text{ mL}$$

$$\text{- } \underline{1000 \mu\text{mol} = 10^{-3} \text{ mol}}$$

$$\text{mol} = \frac{\rho KV}{MR}$$

$$10^{-3} \text{ mol} = \frac{0,96 \text{ gr/mL} \times 0,97 \times V}{284,2 \text{ gr/mol}}$$

$$V = \frac{10^{-3} \text{ mol} \times 284,2 \text{ gr/mol}}{0,96 \text{ gr/mL} \times 0,97}$$

$$V = 0,3052 \text{ mL}$$

$$\text{- } \underline{1500 \mu\text{mol} = 1,5 \times 10^{-3} \text{ mol}}$$

$$\text{mol} = \frac{\rho KV}{MR}$$

$$1,5 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{0,96 \text{ gr/mL} \times 0,97 \times V}{284,2 \text{ gr/mol}}$$

$$V = \frac{1,5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 284,2 \text{ gr/mol}}{0,96 \text{ gr/mL} \times 0,97}$$

$$V = 0,4578 \text{ mL}$$

## 2. Perhitungan Volume Stirena 5 mmol

Diketahui: Stirena ( $\text{C}_8\text{H}_8$ )

$$\text{MR} = 104,15 \text{ gr/mol}$$

$$K = 99\%$$

$$\rho = 0,906 \text{ gr/mL}$$

$$\underline{5 \text{ mmol} = 5 \times 10^{-3} \text{ mol}}$$

$$\text{mol} = \frac{\rho KV}{\text{MR}}$$

$$5 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{0,906 \text{ gr/mL} \times 0,99 \times V}{104,15 \text{ gr/mol}}$$

$$V = \frac{5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 104,15 \text{ gr/mol}}{0,906 \text{ gr/mL} \times 0,99}$$

$$V = 0,58059 \text{ mL}$$

## 3. Perhitungan Volume $\text{H}_2\text{O}_2$ 5 mmol

Diketahui: Hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ )

$$\text{MR} = 34,0147 \text{ gr/mol}$$

$$K = 30\%$$

$$\rho = 1,11 \text{ gr/mL}$$

$$- \underline{5 \text{ mmol} = 5 \times 10^{-3} \text{ mol}}$$

$$\begin{aligned} \text{mol} &= \frac{\rho KV}{MR} \\ 5 \times 10^{-3} \text{ mol} &= \frac{1,11 \text{ gr/mL} \times 0,3 \times V}{34,0147 \text{ gr/mol}} \\ V &= \frac{5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 34,0147 \text{ gr/mol}}{1,11 \text{ gr/mL} \times 0,3} \\ V &= 0,5107 \text{ mL} \end{aligned}$$

#### 4. Perhitungan Volume H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M

Diketahui: Asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

$$MR = 98,08 \text{ gr/mol}$$

$$K = 98\%$$

$$\rho = 1,84 \text{ g/mL}$$

$$M = \frac{\% \text{massa} \times \rho \times 1000}{MR}$$

$$M = \frac{98\% \times 1,84 \text{ gr/mL} \times 1000}{98,08 \text{ gr/mol}}$$

$$M_1 = 18M$$

$$M_2 = 1M$$

Diketahui: M<sub>1</sub> = 18M

$$M_2 = 1M$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$

Dicari: V<sub>1</sub>

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 1 M}{18 M}$$

$$V_1 = 55,55 \text{ mL}$$

## Lampiran 4 Data Pengamatan dan Hasil Perhitungan

### L.4.1 Perhitungan Konversi Styrene dan Selektifitas Benzaldehyde, Styrene Oksida, Phenyl asetaldehyde

Katalis	Area					Konversi (%)	Selektifitas Produk (%)		
	Styrene Total	Styrene Sisa	Benz	SO	PA		Benz	SO	PA
CFB500	34357016	32545586	57656	1671003	82770	5,3	3,24	92,2	,6
SCFB500	38927157	38819218	50428	57512	-	0,3	46,7	53,3	-
TiO <sub>2</sub> (500)/SCFB500	29643182	24570192	4289105	247650	536235	17,1	84,5	4,9	10,6
TiO <sub>2</sub> (1000)/SCFB500	15349454	9373612	4178369	1175557	621916	38,9	69,9	19,7	10,4
TiO <sub>2</sub> (1500)/SCFB500	19525344	9539530	7284391	2016228	685193	51,1	72,9	20,2	6,9

Catatan: Benzaldehyda (Benz); Styrene Oksida (SO); Phenyl Asetadehida (PA)

#### Contoh Perhitungan:

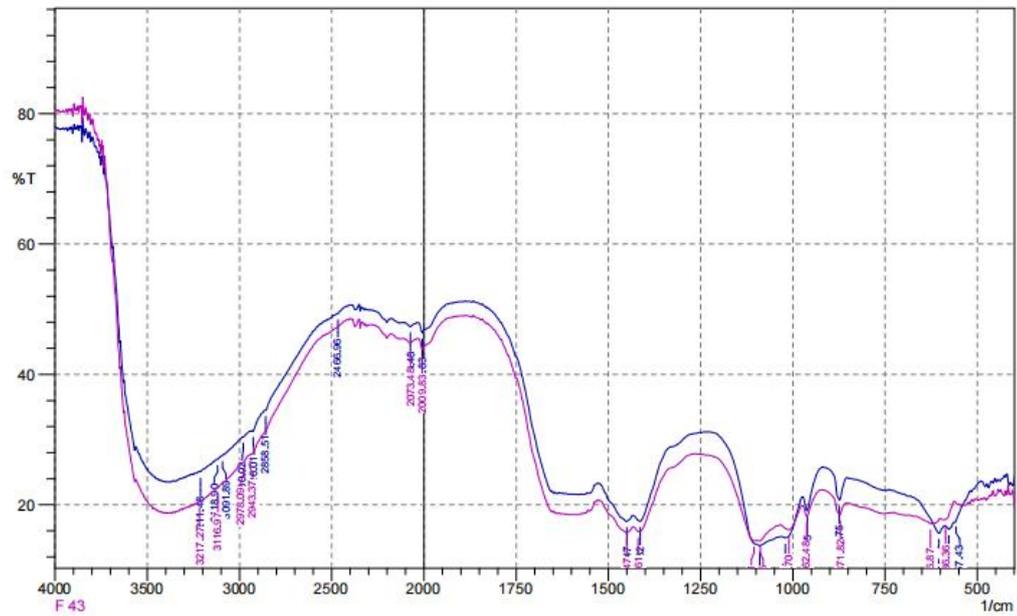
Oksidasi Styrene dengan katalis TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500

$$Konversi = \frac{Area\ Sty - Area\ sty\ sisa}{area\ sty} \times 100\%$$

$$Konversi = \frac{19525344 - 9539530}{19525344} \times 100\% = 51,1\%$$

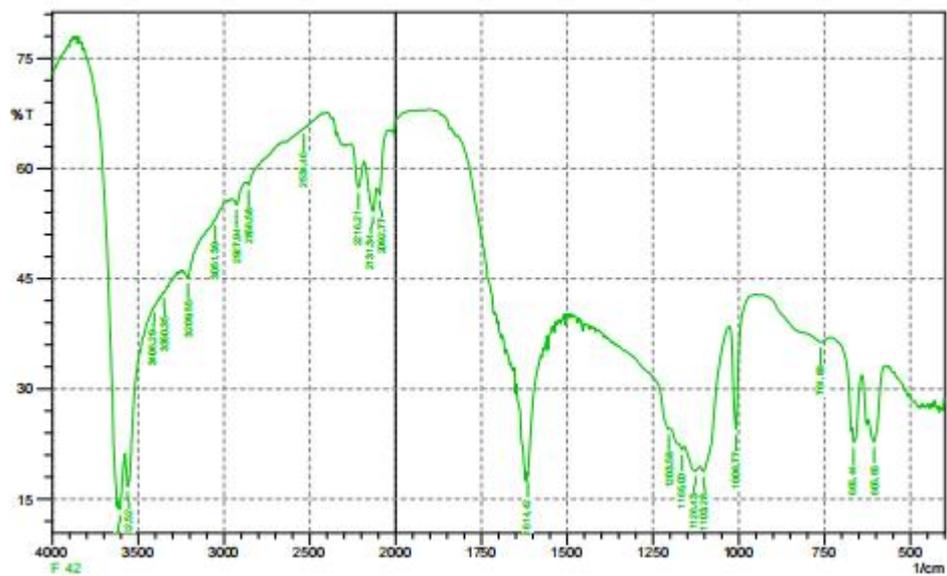
## L.4.2 Lampiran Data Mentah Karakterisasi FTIR

### L.4.2.1 Spektra FTIRSCFB500



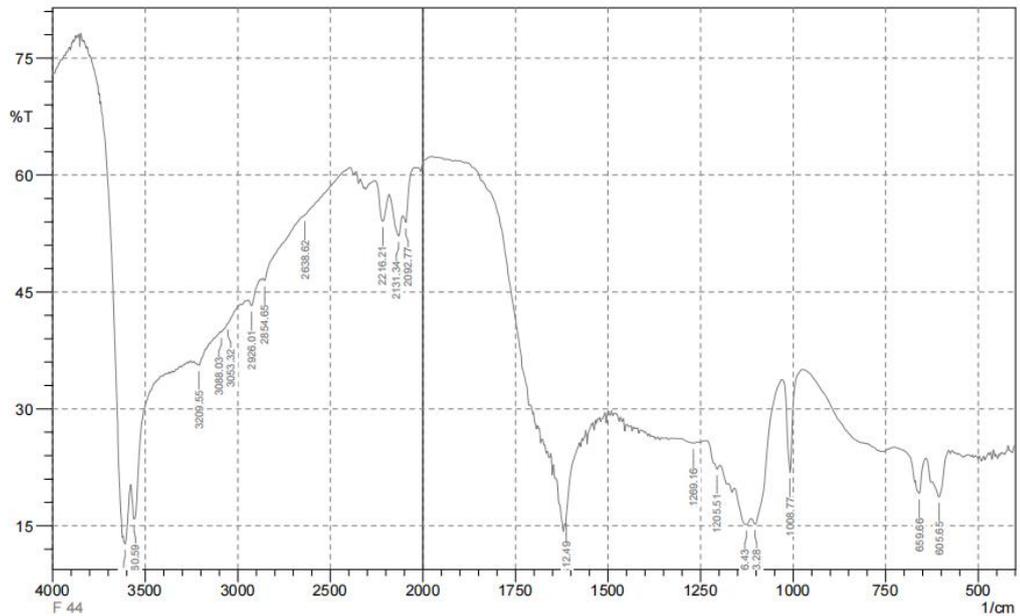
Gambar L.4.2.1 Spektra FTIR dari CFB500

### L.4.2.2 Spektra FTIR SCFB500



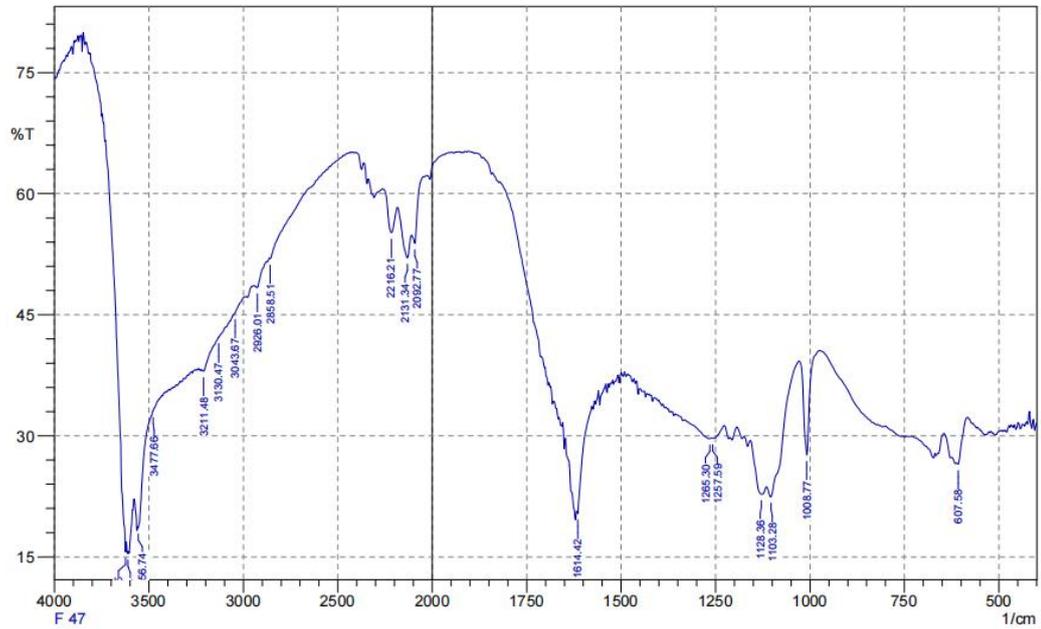
Gambar L.4.2.2 Spektra FTIR dari SCFB500

#### L.4.2.3 Spektra FTIR TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500



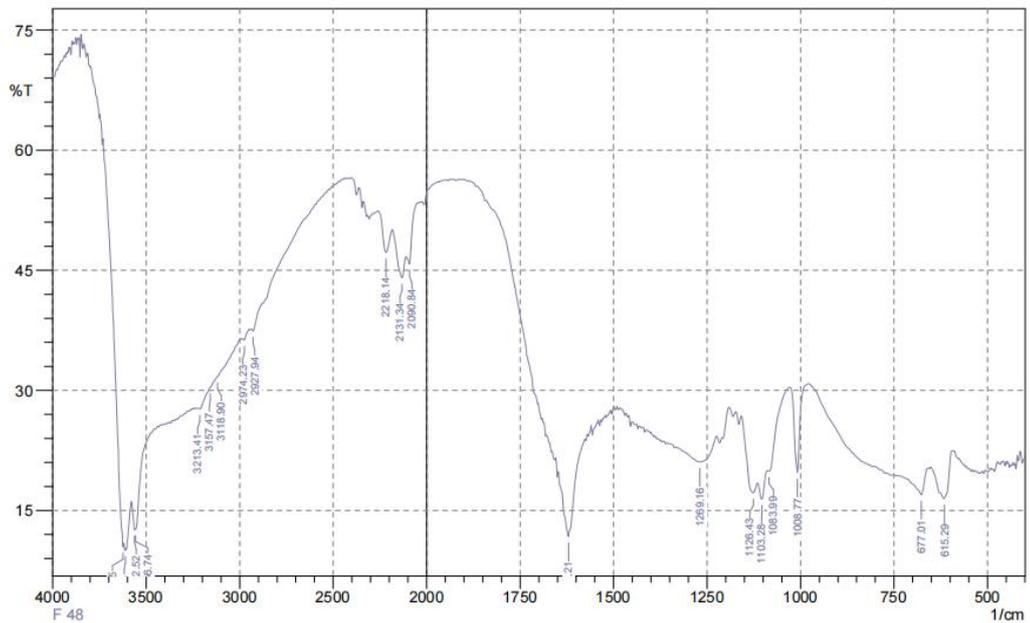
Gambar L.4.2.3 Spektra FTIR dari TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500

#### L.4.2.4 Spektra FTIR TiO<sub>2</sub>(1000)/SCFB500



Gambar L.4.2.4 Spektra FTIR dari TiO<sub>2</sub>(1000)/SCFB500

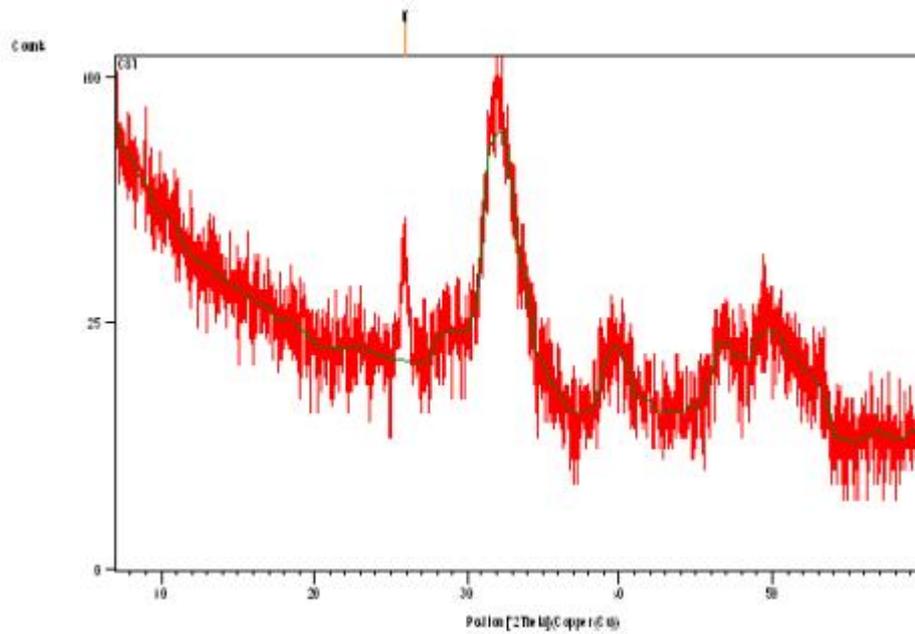
### L.4.2.5 Spektra FTIR TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500



Gambar L.4.2.5 Spektra FTIR dari TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500

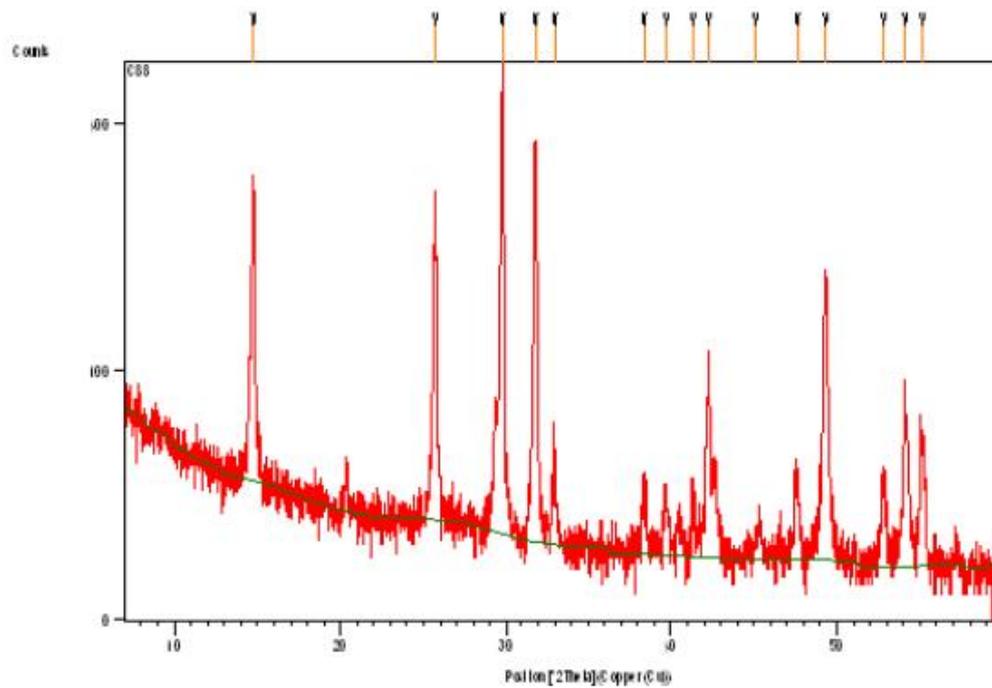
### L.4.3 Lampiran Data Mentah Karakterisasi XRD

#### L.4.3.1 Difraktogram XRD CFB500



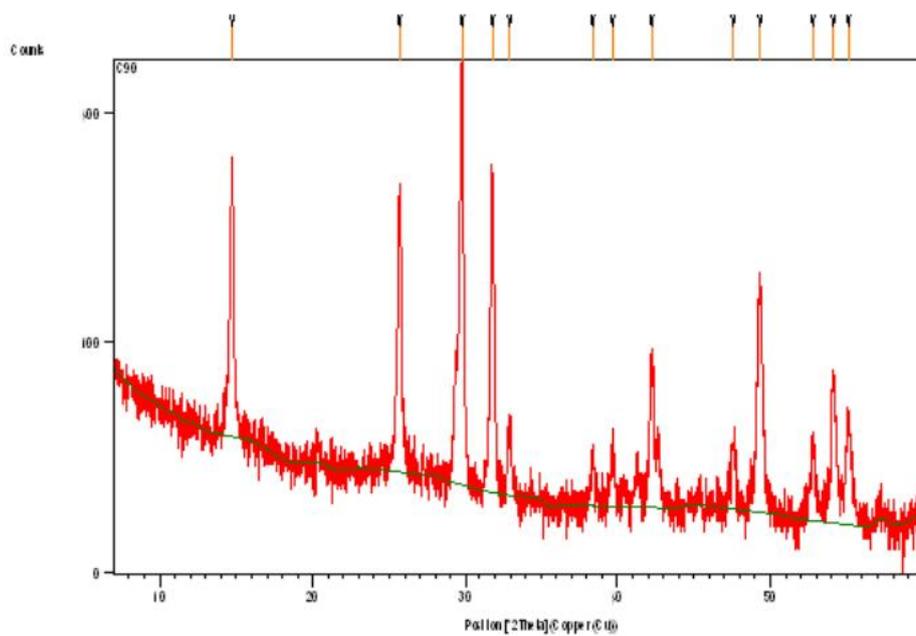
Gambar L.4.3.1 Difraktogram XRD dari CFB500

### L.4.3.2 Difraktogram XRD SCFB500



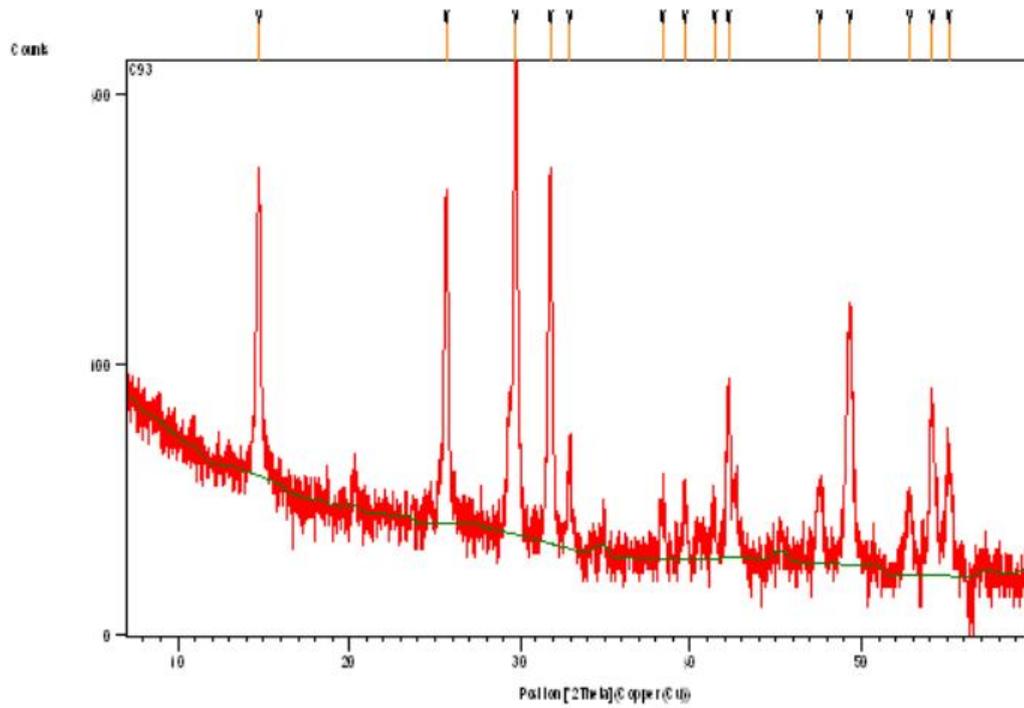
Gambar L.4.3.2 Difraktogram XRD dari SCFB500

### L.4.3.3 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500



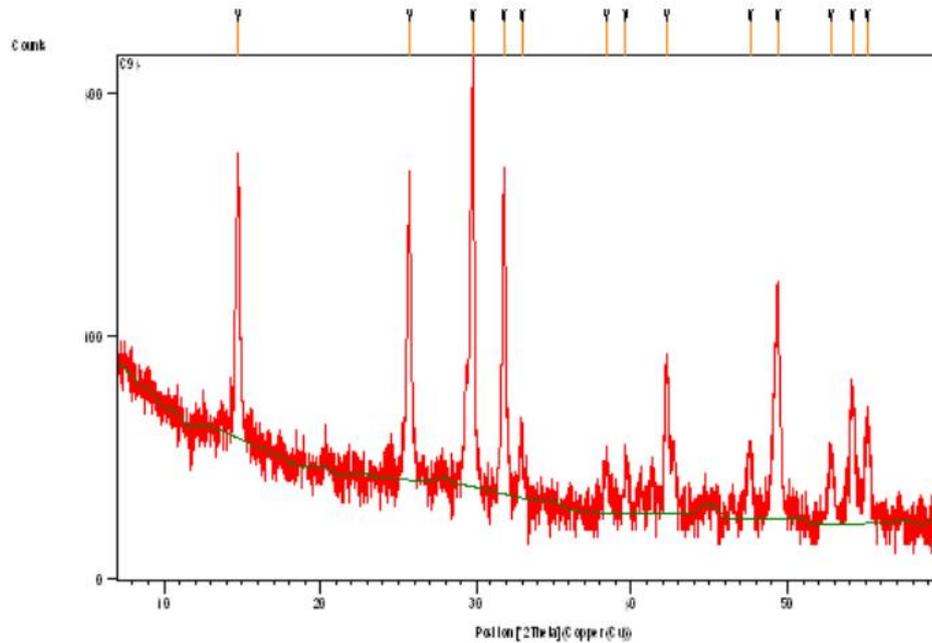
Gambar L.4.3.3 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500

#### L.4.3.4 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>(1000)/SCFB500



Gambar L.4.3.4 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>(1000)/SCFB500

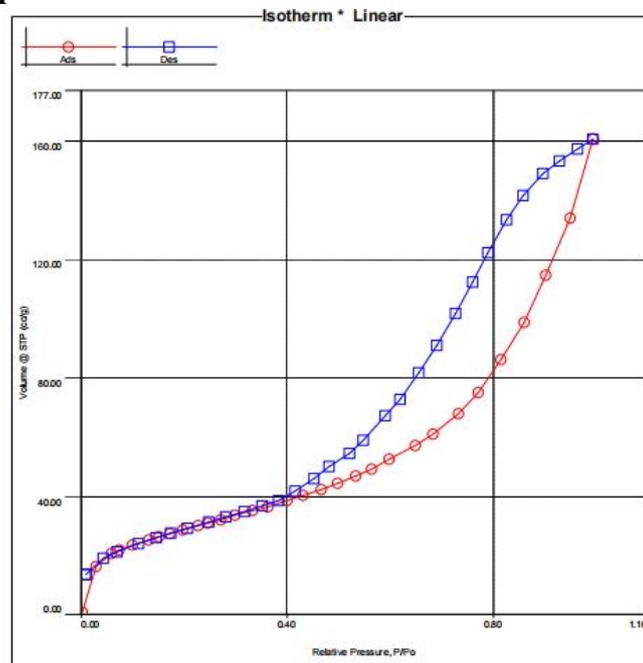
#### L.4.3.5 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500



Gambar L.4.3.5 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>(1500)/SCFB500

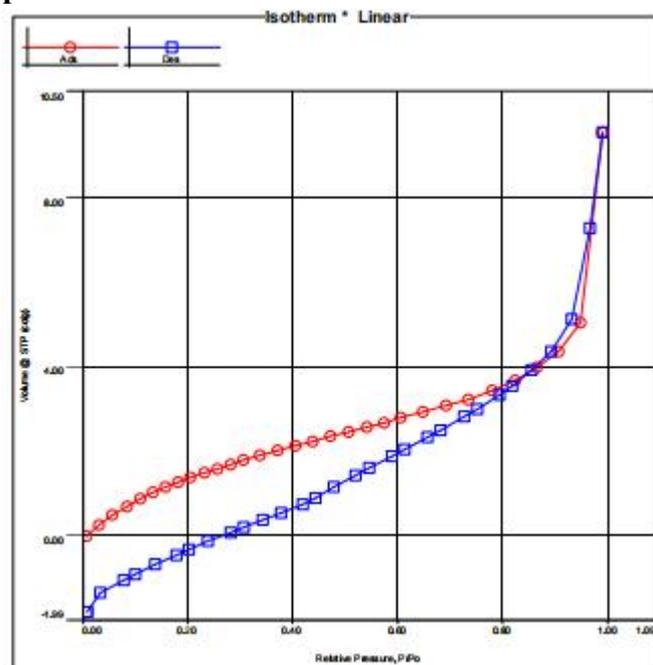
## L.4.4 Lampiran Data Mentah Karakterisasi Fisisorpsi

### L.4.4.1 Fisisorpsi CFB500



Gambar L.4.4.1 Fisisorpsi CFB500

### L.4.4.2 Fisisorpsi CFB500



Gambar L.4.4.2 Fisisorpsi TiO<sub>2</sub>(500)/SCFB500

## L.4.5 Lampiran Data Mentah Karakterisasi GC

### L.4.5.1 Hasil Karakterisasi GC Stirena

SHIMADZU  
LabSolutions

# Analysis Report

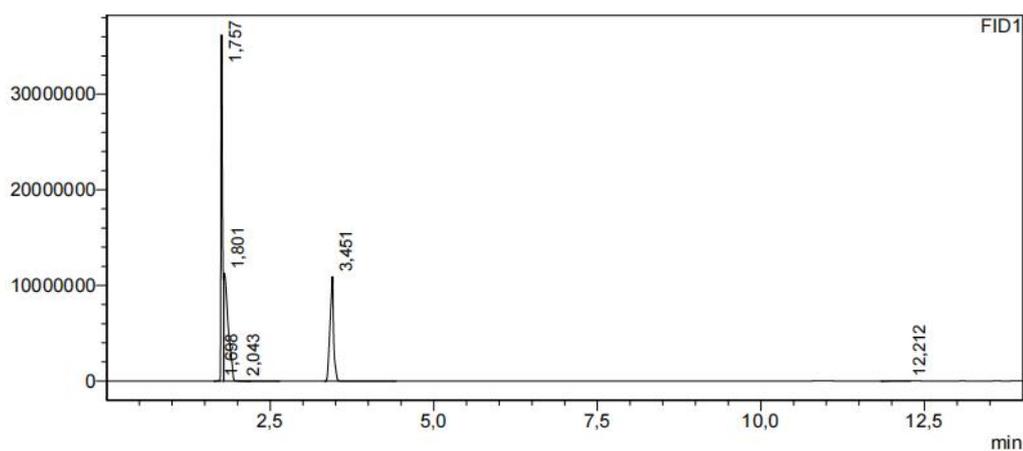
#### <Sample Information>

Sample Name : AA10  
 Sample ID : 00750121-10  
 Data Filename : 00750121-10 AA10.gcd  
 Method Filename : styrena\_phenyl acetaldehida\_styrena oxide\_benzaldehyda.gcm  
 Batch Filename :  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 0.2 uL  
 Date Acquired : 2/25/2021 2:30:20 PM  
 Date Processed : 2/25/2021 2:44:23 PM

Sample Type : Unknown  
 Acquired by : System Administrator  
 Processed by : System Administrator

#### <Chromatogram>

uV



#### <Peak Table>

FID1

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	Name
1	1,698	100921	71227	0,065			
2	1,757	60204047	35478318	38,925		V	
3	1,801	53098492	11188328	34,331		SV	
4	2,043	56148	10776	0,036		TV	
5	3,451	41186231	10851496	26,629		SV	
6	12,212	21876	1634	0,014		V	
Total		154667715	57601779				

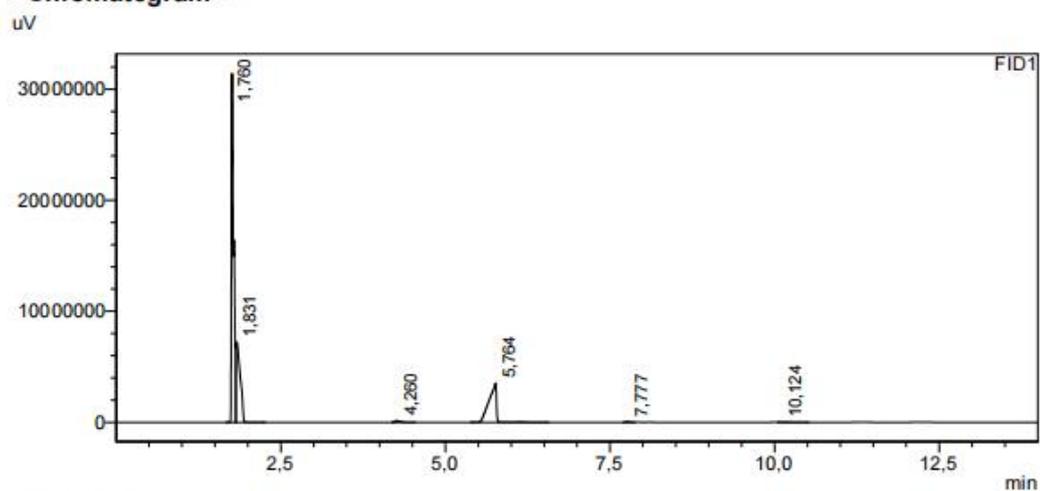
## L.4.5.2 Hasil Karakterisasi GC Fenil Asetaldehid

# SHIMADZU LabSolutions Analysis Report

### <Sample Information>

Sample Name : AA11  
 Sample ID : 00750121-11  
 Data Filename : 00750121-11 AA11.gcd  
 Method Filename : styrena\_phenyl acetaldehida\_styrena oxide\_benzaldehyda.gcm  
 Batch Filename :  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 0.2 uL  
 Date Acquired : 2/25/2021 2:48:12 PM  
 Date Processed : 2/25/2021 3:02:17 PM  
 Sample Type : Unknown  
 Acquired by : System Administrator  
 Processed by : System Administrator

### <Chromatogram>



### <Peak Table>

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	Name
1	1.760	72239960	30697843	54.275		V	
2	1.831	32827032	7207976	24.664		SV	
3	4.260	710297	165557	0.534			
4	5.764	27082452	3509939	20.348		S	
5	7.777	138749	53048	0.104		V	
6	10.124	100182	19829	0.075		SV	
Total		133098673	41654192				

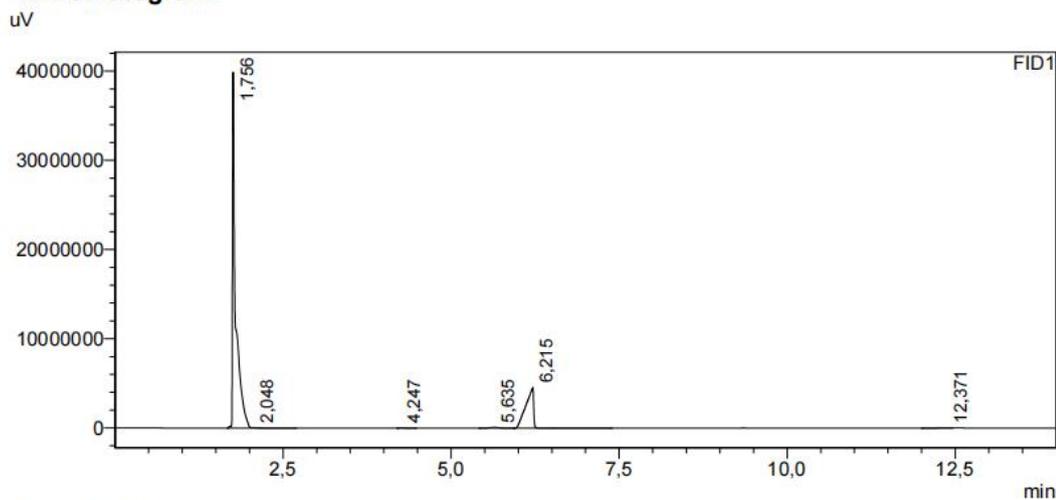
## L.4.5.3 Hasil Karakterisasi GC Stirena Oksida


**Analysis Report**

## &lt;Sample Information&gt;

Sample Name : AA12  
 Sample ID : 00750121-12  
 Data Filename : 00750121-12 AA12.gcd  
 Method Filename : styrena\_phenyl acetaldehida\_styrena oxide\_benzaldehyda.gcm  
 Batch Filename :  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 0.2 uL  
 Date Acquired : 2/25/2021 3:07:41 PM  
 Date Processed : 2/25/2021 3:21:45 PM  
 Sample Type : Unknown  
 Acquired by : System Administrator  
 Processed by : System Administrator

## &lt;Chromatogram&gt;



## &lt;Peak Table&gt;

FID1

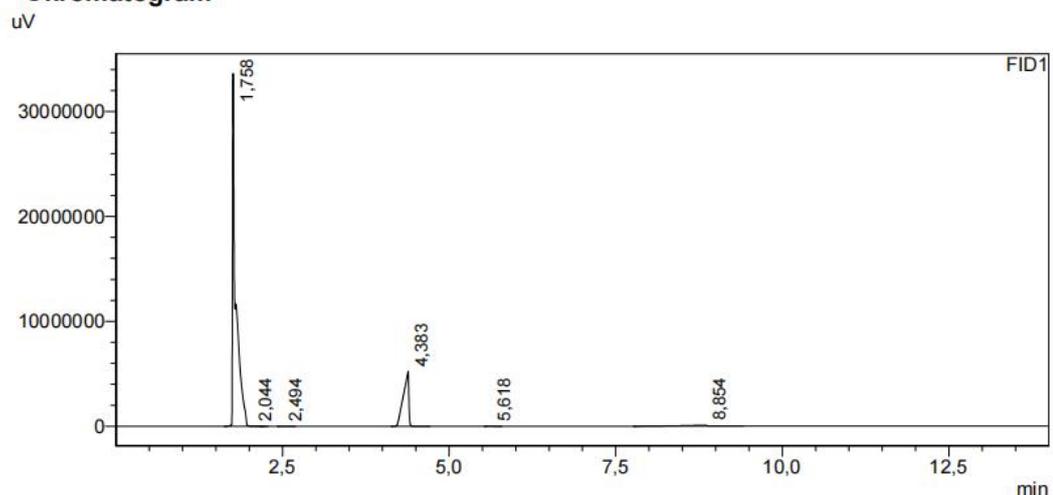
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	Name
1	1,756	130252089	39202620	77,868		S	
2	2,048	76609	21438	0,046		T	
3	4,247	55530	12966	0,033		V	
4	5,635	640834	76783	0,383			
5	6,215	36201322	4527441	21,642		SV	
6	12,371	46696	3476	0,028		V	
Total		167273080	43844724				

### L.4.5.3 Hasil Karakterisasi GC Benzaldehida

#### <Sample Information>

Sample Name : AA13  
 Sample ID : 00750121-13  
 Data Filename : 00750121-13 AA13.gcd  
 Method Filename : styrena\_phenyl acetaldehida\_styrena oxide\_benzaldehyda.gcm  
 Batch Filename :  
 Vial # : 1  
 Injection Volume : 0.2 uL  
 Date Acquired : 2/25/2021 3:25:32 PM  
 Date Processed : 2/25/2021 3:39:34 PM  
 Sample Type : Unknown  
 Acquired by : System Administrator  
 Processed by : System Administrator

#### <Chromatogram>



#### <Peak Table>

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	Name
1	1,758	112294914	33335814	77,626		S	
2	2,044	65865	14889	0,046		T	
3	2,494	5378	826	0,004		V	
4	4,383	29654433	5144529	20,499		S	
5	5,618	23827	5712	0,016		V	
6	8,854	2617884	97776	1,810		S	
Total		144662302	38599547				

## Lampiran 5 Dokumentasi

### L.5.1 Preparasi sampel



Dikumpulkan limbah tulang ikan



Limbah tulang ikan setelah dibersihkan



Tulang ikan setelah dijemur



Tulang ikan digerus



Serbuk tulang ikan yang telah halus



Serbuk tulang ikan dimasukkan ke dalam krusible alumina



Krusible alumina kemudian ditutup



Krusible dimasukkan ke dalam *muffle furnace*



Serbuk tulang ikan dikarbonasi



Serbuk tulang ikan setelah dikarbonasi



Karbon tulang ikan



Karbon tulang ikan digerus hingga halus



Karbon tulang ikan diayak dengan ayakan 200 mesh



Serbuk karbon tulang ikan dimasukkan ke dalam botol sampel



Karbon disulfonasi



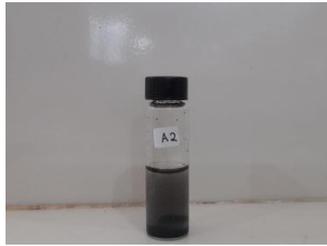
Karbon tersulfonasi dicuci



Karbon tersulfonasi dicuci hingga bersih



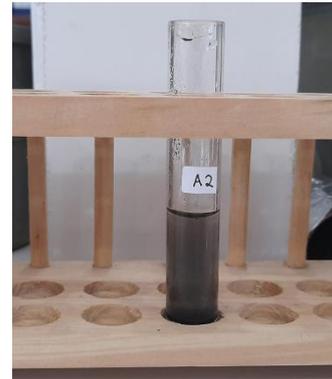
Karbon tersulfonasi diimpregnasi



Katalis dimasukkan ke dalam botol vial untuk uji aktivitas



Katalis diuji aktivitas dan distirer



Campuran katalis dan produk dimasukkan ke dalam tabung reaksi



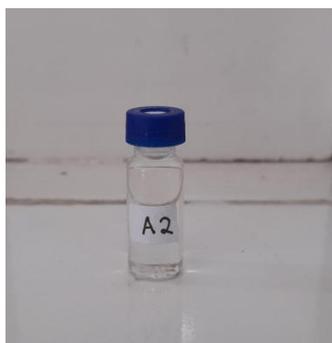
Tabung reaksi dimasukkan ke dalam *centrifuge*



Pemisahan katalis dengan produk menggunakan *centrifuge*



Campuran katalis setelah disentrifugasi



Larutan produk dimasukkan ke dalam botol vial untuk dikarakterisasi