



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : INSTITUT TEKNOLOGI NASIONAL MALANG
Jl. Bendungan Sigura-gura No. 2
Malang 65145

Untuk Invensi dengan Judul : ADSORBEN CO₂BERBASIS SILIKA GEL DARI ABU
BAGASSE TERMODIFIKASI AMINE DAN METODE
PRODUKSINYA

Inventor : Nanik Astuti Rahman
Heru Setyawan

Tanggal Penerimaan : 25 November 2015

Nomor Paten : IDP000074508

Tanggal Pemberian : 26 Januari 2021

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 22 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.
NIP. 196611181994031001



(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000074508 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 26 Januari 2021

(51) Klasifikasi IPC⁸ : B 01D 53/00, B 01D 67/00, B 01J 20/00

(21) No. Permohonan Paten : P00201507662

(22) Tanggal Penerimaan: 25 November 2015

(30) Data Prioritas :
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(23) Tanggal Pengumuman: 28 Oktober 2016

Dokumen Perbandingan:
US 2008/0175783 A1

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
INSTITUT TEKNOLOGI NASIONAL MALANG
Jl. Bendungan Sigura-gura No. 2
Malang 65145

(72) Nama Inventor :
Nanik Astuti Rahman, ID
Heru Setyawan, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Ir. Ahmad Fauzi

Jumlah Klaim : 5

Judul Invensi : ADSORBEN CO₂ BERBASIS SILIKA GEL DARI ABU BAGASSE TERMODIFIKASI AMINE DAN METODE PRODUKSINYA

Abstrak :

Invensi ini berkaitan dengan sintesis silika gel dari abu bagasse dengan modifikasi gugus amine sebagai adsorben CO₂ dan metode yang digunakan adalah in-situ. Adsorben dengan karakterisasi baik yaitu kapasitas adsorpsi dan selektivitas tinggi terhadap CO₂ didapatkan dengan memodifikasi permukaannya dengan gugus amine. Dalam metode ini menggunakan ko-pelarut etanol dalam proses modifikasi silika gel dengan gugus amine. Penambahan asam tartrat dan asam klorida dalam membentuk struktur pori silika gel dalam ran mesopori untuk memperbesar pemuatan amine pada proses modifikasi. Proses produksi adsorben yang dihasilkan dengan metode yang sesuai dengan invensi ini adalah mudah dilakukan karena menggunakan metode sederhana ekstraksi basa pada suhu dididhnya pada tahapan prekursoranya, murah karena menggunakan limbah sebagai *raw material*, waktu sintesis lebih pendek karena proses pembentukan gel dan proses modifikasi dilakukan secara bersamaan dan simultan serta aplikabel..



Deskripsi**ADSORBEN CO₂ BERBASIS SILIKA GEL DARI ABU BAGASSE TERMODIFIKASI AMINE DAN METODE PRODUKSINYA****5 Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan adsorben gas karbondioksida (CO₂) berbasis silika gel dari abu bagasse termodifikasi amine dan metode produksinya. Lebih khusus pada invensi ini, limbah padat pabrik gula yang disebut abu bagasse digunakan sebagai sumber silika yang selanjutnya dimodifikasi dengan gugus amine sebagai adsorben gas CO₂. Modifikasi silika dengan gugus amine menggunakan metode *in-situ* dimaksudkan untuk menambah selektifitas dan kapasitas adsorpsi terhadap gas CO₂ dengan waktu sintesis yang lebih singkat, biaya lebih murah dan ramah lingkungan.

15

Latar Belakang Invensi

Abu bagasse yang kaya akan silika merupakan bahan baku yang sangat potensial untuk produksi silika gel, selain harganya murah, jumlahnya juga berlimpah. Silika gel mempunyai banyak aplikasi seperti misalnya katalisator, isolator panas, adsorben, untuk kolom khromatografi, kosmetik, farmasi, biomedis, cat dan pelapisan dan sebagainya (Kamath & Proctor, 1998; Kalapathy dkk., 2000a; Kalapathy dkk., 2000b; Affandi dkk., 2009; Yang dkk., 2011; Nazriati dkk., 2014; Yang & Li, 2014; Yang dkk., 2014). Pada umumnya produksi silika gel dilakukan dengan mereaksikan bahan yang mengandung silika, seperti pasir kuarsa dengan soda abu dalam *furnace* pada suhu diatas 1300°C untuk menghasilkan sodium silikat. Silika gel dihasilkan dengan menambahkan asam ke sodium silikat. Dengan suhu yang sangat tinggi ini jelas terlihat bahwa proses tersebut mengkonsumsi energi dalam jumlah besar. Untuk mengatasi kendala ini, peneliti terdahulu (Affandi dkk., 2009) telah berhasil mengembangkan metode sederhana dan murah untuk produksi

silika gel dari abu bagasse dengan ekstraksi basa menggunakan suhu rendah ($\sim 100^{\circ}\text{C}$) yang dilanjutkan dengan presipitasi dan pembentukan gel dengan penambahan asam. Metode ini dikembangkan berdasarkan pada sifat silika amorf yang terdapat pada abu bagasse.

5 Silika amorf memiliki sifat kelarutan yang sangat unik. Kelarutan silika amorf sangat rendah pada $\text{pH} < 10$ dan naik dengan dengan tajam ketika $\text{pH} > 10$ (Iler, 1979). Silica gel yang diproduksi dari abu bagasse tersebut telah diujikan sebagai adsorben untuk pengering udara dan untuk memisahkan pewarna dari air limbah dengan
10 hasil yang bagus.

Sintesis silika gel dari berbagai abu biomassa, termasuk abu sekam padi dan abu bagasse sebagai sumber silika, biasanya dilakukan dengan ekstraksi basa yang dilanjutkan dengan proses sol-gel (Kalapathy dkk., 2000a). Silika mesopori dengan kemurnian
15 tinggi telah dihasilkan dari abu bagasse dengan metode ini (Affandi dkk., 2009). Namun, luas permukaan yang dihasilkan masih relatif rendah ($\sim 160 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$). Gugus silanol pada permukaan silika gel bisa runtuh karena kondensasi irreversible selama proses pengeringan. Ketika gugus silanol pada permukaan silika digantikan dengan gugus
20 alkil, kondensasi dan *shrinkage* struktur gel dapat dihindari dan dihasilkan silika aerogel dengan luas permukaan yang lebih besar ($>1000 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$) (Nazriati dkk., 2014).

Untuk aplikasi khusus, seperti misalnya adsorben, luas permukaan dan ukuran pori silika mesopori menjadi faktor yang
25 sangat penting. Luas permukaan yang besar memberikan tempat aktif yang lebih besar pada material berpori. Besarnya pori dapat mengatasi hambatan difusi pada molekul gas (Franchi dkk., 2005). Umumnya untuk menghilangkan hambatan difusi, ukuran pori-pori silika diperbesar, misalnya dengan penambahan surfaktan atau
30 template sehingga menjadi mesopori.

Selain itu, memodifikasi gugus fungsi ke permukaan silika merupakan juga strategi yang banyak dilakukan untuk mendapatkan adsorben baru dengan karakterisasi yang lebih baik. Metode yang umum digunakan untuk memodifikasi silika mesopori dengan amine adalah *grafting*. Kelemahan dengan metode ini memerlukan waktu lama karena dalam metode ini terdapat dua proses yaitu sintesis silica gel dan modifikasi. Modifikasi dilakukan dengan merefluk silica gel yang sudah terbentuk dalam toluene pada suhu didihnya selama 18 jam. Silika yang sudah termodifikasi dicuci dengan toluene dan dikeringkan (Harlick & Sayari, 2006; Hiyoshi dkk, 2004).

Untuk mengatasi kelemahan dari metode sebelumnya dikembangkan metode baru untuk mempersiapkan adsorben berbasis silika dari abu bagasse dengan menggunakan metode *in-situ*. Modifikasi dilakukan bersamaan dengan proses pembentukan gel, sehingga proses modifikasi akan lebih cepat dan seragam.

Beberapa peneliti sudah banyak melakukan metode ini (Lim dkk, 1999; Macquarrie, 1996; Rahman dkk, 2009; Lou dkk, 2011). Metode ini memiliki banyak keunggulan dibandingkan dengan metode *post-grafting*, seperti misalnya pemuatan pemodifikasi lebih tinggi, mudah dilakukan dan waktu sintesis lebih pendek. Dengan metode ini modifikasi dilakukan bersamaan dengan reaksi hidrolisis dan kondensasi untuk membentuk gel. Metode ini mudah dilakukan untuk prekursor yang menggunakan alkohol seperti tetraethylorthosilicate (TEOS), karena senyawa γ -aminopropiltriethoxysilan (APTS) yang umumnya digunakans ebagai agen pemodifikasi, juga larut dalam alkohol. Akan tetapi, bila digunakan sodium silikat sebagai sumber silika, metode diatas tidak dapat langsung digunakan.

Sang-Eon Park, Sujandi, Dae-Soo Han, Seung-Cheoul Lee, mendapatkan paten dengan No. US 2008/0175783 A1 dengan mengusulkan modifikasi silica mesopori SBA-15 dengan metode *in-situ*. Proses ini mudah dilakukan karena *support silica* yang digunakan adalah

SBA-15 yang mempunyai struktur morfologi yang tersusun rapi karena menggunakan surfaktan sebagai pembentuk pori sehingga agen pemodifikasi dapat dengan mudah terdistribusi ke permukaan silica. Material penyangga yang digunakan pada penelitian ini (SBA-15),
5 silika yang dibuat dari sodium silikat sintesis harganya mahal dan bersifat racun (kadar toksisitas terhadap makhluk hidup berkisar 30 - 40%).Panggunaan SBA-15 sebagai bahan material penyangga membutuhkan energi tinggi karena diproses dengan suhu tinggi yaitu 1300°C.

10 Oleh karena itu, pada invensi ini dilakukan modifikasi proses untuk memodifikasi permukaan silika gel dengan gugus amine menggunakan prekursor sodium silikat. Pembentukan gel terjadi ketika asam ditambahkan. Asam yang ditambahkan adalah asam klorida (anorganik) dan asam tartrat (asam organik) untuk mengetahui
15 pengaruh asam terhadap porositas silika yang dihasilkan.

Dalam invensi ini dikembangkan teknik modifikasi silika mesopori dengan gugus amine melalui metode *in-situ* menggunakan larutan sodium silikat dari abu bagasse. Metode ini dilakukan dengan menggunakan ko-pelarut etanol dan setelah itu kemudian baru
20 ditambahkan larutan sodium silikat.Penambahan ko-pelarut dimaksudkan untuk mempercepat proses ekstraksi silica dari abu bagasse.Kebutuhan etanol sebagai ko-pelarut untuk sodium silikat sebanyak 120 mL hanya dibutuhkan 2 mL etanol dengan konsentrasi 2N.

25 Jadi, invensi ini bertujuan menyediakan adsorben CO₂ berbasis silika dari abu bagasse dengan modifikasi gugus amine. Sodium silikat yang digunakan sebagai *precursor* silika ini berasal dari abu bagasse. Sodium silikat ini larut dalam air sedangkan senyawa pemodifikasi, (APTS) tidak larut dalam air, oleh karena itu, perlu
30 dilakukan modifikasi proses. Metode yang yang sesuai dengan invensi ini adalah *in-situ* dengan menggunakan ko-pelarut etanol.

Dalam hal ini APTS dilarutkan dalam etanol dan kemudian baru ditambahkan ke dalam larutan sodium silikat.

Uraian Singkat Invensi

5 Sesuai invensi ini disediakan suatu adsorben CO₂ berbasis silika gel dari abu bagasse dan metode produksinya menggunakan metode *in-situ*. Proses produksi adsorben yang sesuai dengan invensi ini terdiri dari tahapan sebagai berikut: mengekstrak silika dari abu bagasse dengan ekstraksi basa menggunakan larutan
10 NaOH 1 N pada titik didihnya selama 1 jam, melarutkan senyawa pemodifikasi dalam ko-pelarut etanol, mencampurkan sodium silikat dengan senyawa pemodifikasi yang sudah terlarut dalam etanol, menambahkan asam ke dalam campuran sodium silikat dan senyawa pemodifikasi hingga terbentuk gel, menuakan gel pada suhu 40°C
15 kemudian mencuci gel dengan etanol dan mengeringkan gel selama 24 jam pada suhu 100°C dalam oven. Produksi adsorben CO₂ ini membutuhkan biaya murah, waktu sintesis singkat dan aplikabel.

Uraian Lengkap Invensi

20 Reduksi CO₂ paling sering menggunakan proses absorpsi kimia fasa cair dengan larutan amine. Akan tetapi teknologi ini memiliki kelemahan dalam hal mahalnya biaya regenerasi dan tidak efisien (Belmabkout dkk., 2009). Penggunaan adsorben padat menjadi alternative adsorpsi CO₂. Adsorpsi dikenal sebagai teknologi yang
25 efisien energinya dengan syarat bahan stabil dengan kapasitas adsorpsi dan selektivitas tinggi terhadap CO₂.

 Pengembangan teknologi dalam mensintesis adsorben dengan karakterisasi yang baik terus dilakukan. Memodifikasi gugus silanol yang terdapat pada permukaan silika dengan gugus amine
30 merupakan gagasan yang ideal untuk mendapatkan adsorben baru dengan karakterisasi yang diinginkan. Kapasitas adsorpsi CO₂ berbanding lurus dengan besarnya amine yang berhasil menggantikan

gugus silanol yang berada pada permukaan silika. Besarnya pemuatan amine sangat dipengaruhi oleh proses modifikasi. Umumnya, modifikasi dilakukan dengan *grafting*, dimana modifikasi dilakukan pada silika gel yang sudah terbentuk. Keuntungan dari metode *grafting* adalah tetap terjaganya struktur meso setelah proses modifikasi. Namun, metode ini memiliki beberapa kekurangan, yaitu porositas berkurang sebagai akibat dari *attaching* gugus organik ke permukaan pori dan *blocking* karena terdifusinya *modifying agent* ke dalam pori (Hoffman dkk., 2006), tingkat pemuatan amine terbatas disebabkan tidak banyak gugus silanol yang dapat digantikan karena proses kondensasi telah berlangsung, memakan waktu lama karena melibatkan dua langkah: pra-sintesis dari struktur meso material penyangga, diikuti proses *grafting* dengan organosilan dan kontrol atas tingkat pemuatan dan keseragaman gugus fungsi sulit untuk dicapai (Macquarrie, 1996; Lim & Stein, 1999).

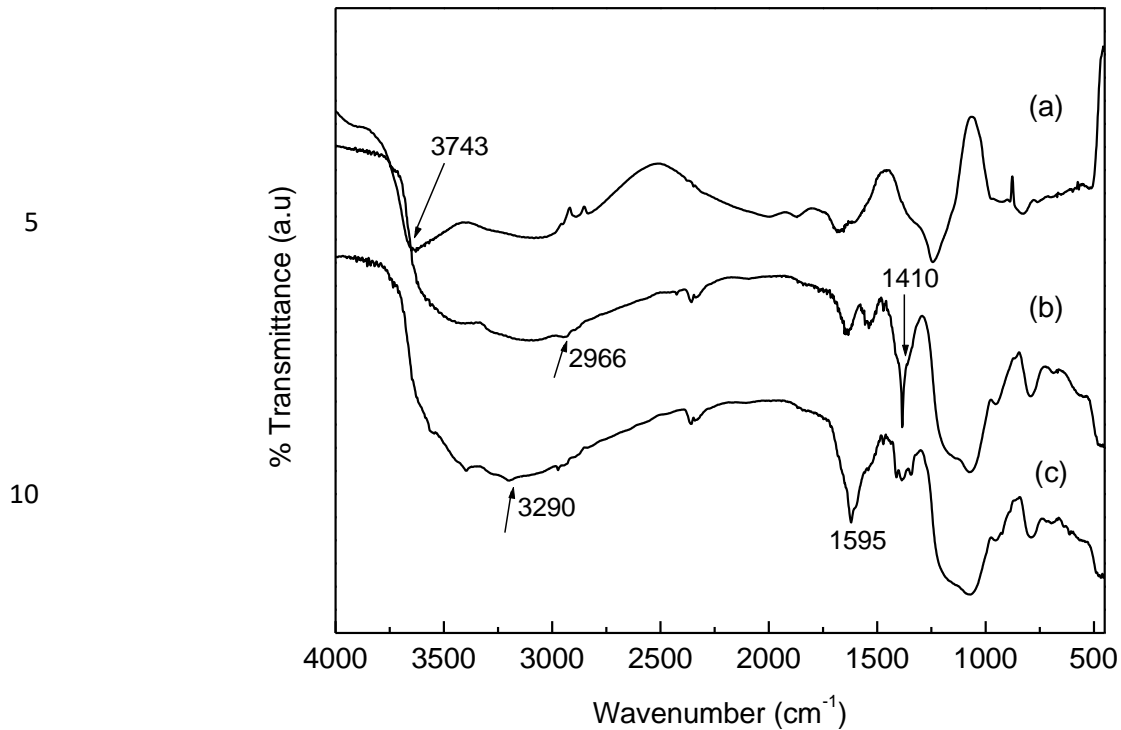
In-situ adalah metode dimana gugus amine terikat secara kovalen ke matriks silika, tidak seperti modifikasi permukaan *post-grafting* (Xomeritakis dkk., 2005). Dalam metode ini, modifikasi permukaan dilakukan bersamaan dengan pembentukan gel. Aminosilane, surfaktan dan prekursor silika dicampur bersama dan dilanjutkan proses penuaan untuk memberikan kesempatan hidrolisis dan kondensasi prekursor silika (Huh dkk., 2003). Proses pencampuran antara aminosilane dan prekursor silika membutuhkan ko-pelarut karena prekursor silika yang dikembangkan pada invensi ini adalah sodium silikat yang pelarutnya air sedangkan aminosilane yang digunakan (APTS) tidak larut dalam air. Oleh karena itu digunakan ko-pelarut yang bisa melarutkan APTS dan larut sempurna dalam air. Pelarut yang sesuai untuk itu adalah etanol. Jadi, APTS dilarutkan terlebih dahulu dalam etanol baru kemudian ditambahkan ke dalam sodium silikat sampai terbentuk gel. Gel dituangkan dan dicuci berulang kali dengan etanol dan air demineral kemudian dikeringkan.

Metode *in-situ* lebih sederhana dari *grafting* dalam hal pengurangan jumlah langkah sintesis dan juga memungkinkan distribusi seragam gugus fungsi tanpa memblokir pori (Sayari & Hamoudi, 2001; Xu dkk., 2005; Hoffman dkk., 2006).

5 Ada banyak penelitian mengenai sintesis amine yang dicangkokkan ke silika mesopori melalui metode *grafting* maupun *in-situ*. Lim & Stein (1999) menyiapkan sampel MCM-41 yang dimodifikasi dengan gugus vinil melalui metode *grafting* dan *in-situ*. Ditemukan bahwa kelompok vinil terdistribusi merata pada
10 MCM-41 yang dicangkokkan dengan vinil melalui metode *in-situ*, namun, tidak merata di MCM-41 melalui *grafting*. Yokoi dkk (2004) mensintesis MCM-41 yang dicangkokkan dengan gugus amine dengan *in-situ* dan *grafting*. Dari analisis unsur CHN dan titrasi argentometrik yang dilakukan pada MCM-41 yang dimodifikasi
15 monoamineorganoalkoxysilane, dengan *grafting* 18% dari aminosilane itu tidak termodifikasi ke permukaan, tapi dengan *in-situ* hampir semua aminosilane ada pada permukaan yang dimodifikasi.

Distribusi homogen dari aminosilane di dinding silika diperoleh untuk silika yang dimodifikasi dengan *in-situ* tetapi
20 dengan *post-grafting* sebagian besar reaksi antara silika mesopori dan organik silan terjadi di wilayah tepi lubang, tapi ada beberapa gugus amine dalam lubang yang dalam, ini yang menyebabkan kapasitas penyerapan terhadap CO₂ menjadi rendah.

Sintesis adsorben berbasis silika dari abu bagasse dengan
25 modifikasi gugus amine menggunakan metode *in-situ* dan rekayasa proses penambahan ko-pelarut, memberikan hasil yang sangat baik. Hal ini dianalisis berdasarkan keberhasilan gugus amine yang menggantikan gugus silanol di permukaan silika dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan TG-DTA (*Thermo Gravimetric-Differential Thermal Analysis*).
30



15

Gambar 1. Spektra FTIR sampel silika (a) sebelum modifikasi; dan sampel silika yang telah dimodifikasi dengan penambahan (b) asam klorida; (c) asam tartrat

20

Keberhasilan modifikasi silika gel dengan gugus amine menggunakan metode *in-situ* dikonfirmasi dengan spektra FTIR seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Spektra FTIR menunjukkan perubahan gugus fungsi pada sampel silika yang diakibatkan oleh modifikasi gugus amine. Pita serapan spesifik untuk silika muncul

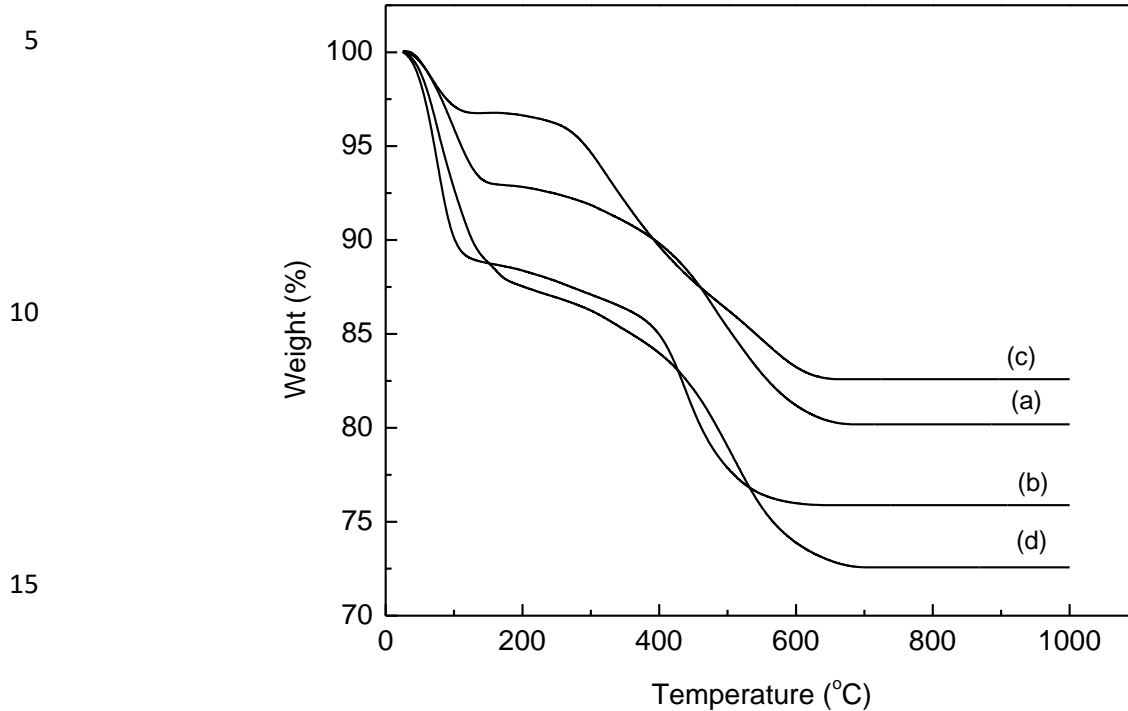
25

pada angka gelombang 3743 cm⁻¹ (kurva a) yang menandakan gugus silanol bebas pada permukaan silika. Pita serapan ini tidak lagi terlihat pada kedua kurva yang lain, hal ini menandakan bahwa gugus silanol telah berhasil digantikan oleh gugus amine. Pada kurva

30

(b) dan (c) terlihat puncak tajam di angka gelombang 1410 cm⁻¹ dan 1595 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya amine yang terikat kuat pada silika (Harlick dan Sayari, 2006). Modifikasi gugus amine juga teramati pada munculnya pita serapan di angka gelombang 3290 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus -NH yang

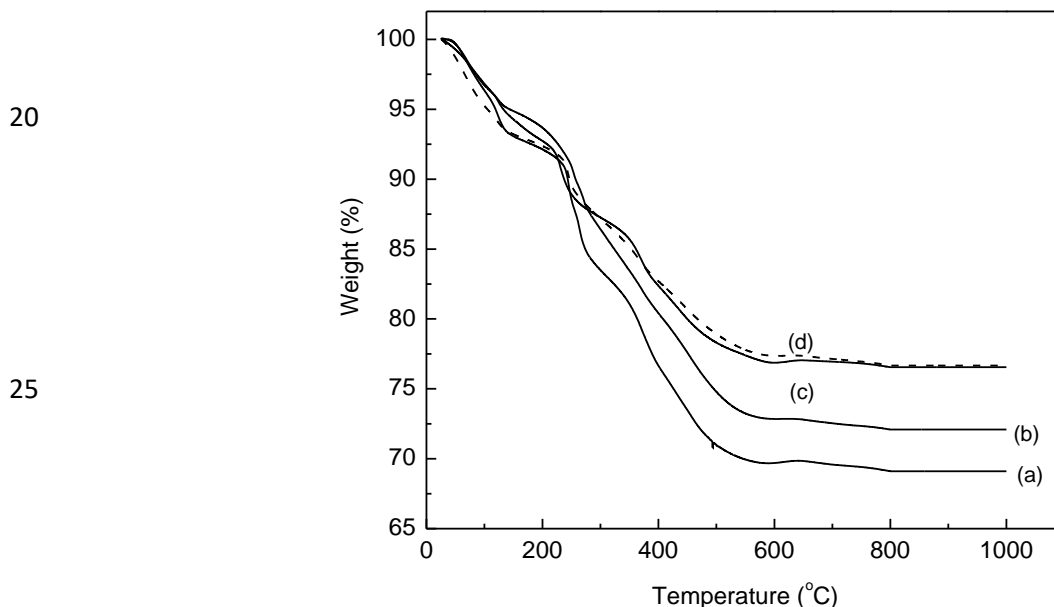
berasosiasi dengan gugus $-OH$, sedangkan pita serapan pada angka gelombang 2966 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi ulur dari ikatan $-CH$ yang berasosiasi dengan gugus $-NH$.



Gambar 2. Kurva TGA sampel silika termodifikasi amine yang disiapkan dengan asam klorida pada suhu aging (a) 40°C ; (b) 50°C ; (c) 60°C dan (d) 70°C

Analisis termal gravimetri digunakan untuk melihat secara kuantitatif banyaknya amine yang berhasil memodifikasi permukaan silika mesopori berdasarkan penurunan berat sampel karena pemanasan pada suhu kamar hingga 1000°C . Gambar 2 menginformasikan analisis TGA sampel silika termodifikasi amine yang disiapkan dengan asam klorida. Dari gambar ini, dapat ditunjukkan terjadi penurunan berat sampel yang pertama pada suhu dibawah 200°C . Pada range suhu ini, sampel mengalami penurunan berat karena terjadi pelepasan air yang diserap pada permukaan silika, sisa pelarut yang digunakan dan sisa agen pemodifikasi yang tidak beraksi. Penurunan berat kedua terjadi pada suhu diatas 200°C , dimana pada

suhu ini mengindikasikan adanya amine yang tidak terikat kuat pada silika mulai terlepas. Pelepasan ikatan ini terus berlangsung hingga suhu 500°C dan mencapai puncaknya pada suhu 600°C. Di atas suhu 600°C dekomposisi sampel mulai berkurang dan terbentuk abu, ini ditunjukkan dengan kurva yang mulai lurus hingga suhu 1000°C. Jumlah amine yang berhasil memodifikasi permukaan silika adalah 2,005; 2,136; 2,310 dan 2,353 mmol γ -aminopropil/gram silika berturut-turut untuk sampel silika suhu aging 40, 50, 60 dan 70°C. Sampel silika termodifikasi amine yang disiapkan dengan asam tartrat juga di analisis termal gravimetrinya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Fenomena penurunan berat sampel yang terjadi sama seperti pada sampel silika yang disiapkan dengan asam klorida. Jumlah amine yang berhasil memodifikasi gugus silanol pada permukaan silanol berturut-turut untuk suhu aging 40, 50, 60 dan 70°C adalah 3,870; 3,591; 2,735 dan 2,587 mmol γ -aminopropil/gram silika.



Gambar 3. Kurva TGA sampel silika termodifikasi amine yang disiapkan dengan asam tartrat pada suhu aging (a) 40°C; (b) 50 °C; (c) 60°C dan (d) 70 °C

Hubungan jenis asam yang ditambahkan pada reaksi netralisasi dalam pembentukan gel pada berbagai suhu aging terhadap luas permukaan silika gel yang dihasilkan ditunjukkan seperti pada Gambar 4. Luas permukaan silika gel adalah 22,559 m²/g sampai 5 96,650 m²/g jika disiapkan dengan HCl dan 54,770 m²/g sampai 84,123 m²/g jika disiapkan menggunakan asam tartrat. Terlihat bahwa luas permukaan silika gel yang dihasilkan dengan menggunakan asam tartrat cenderung lebih besar dibandingkan dengan asam klorida.

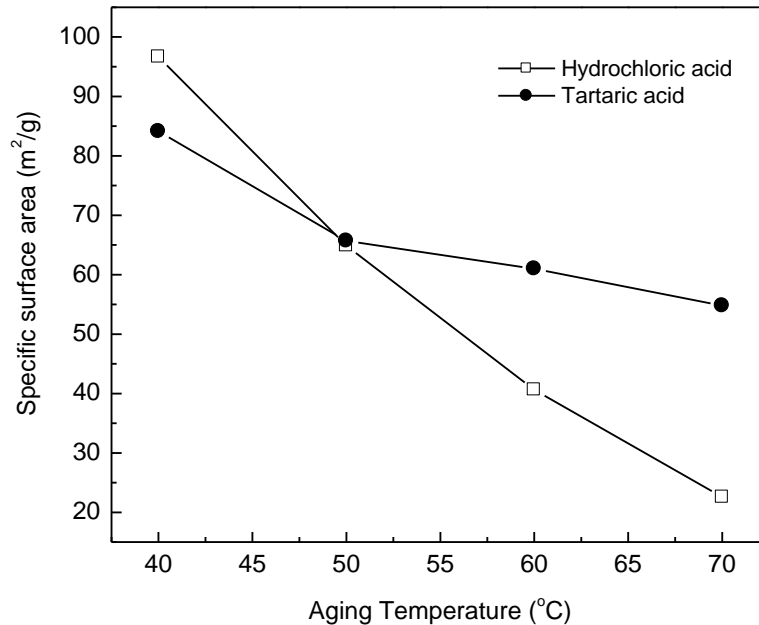
Pengaruh asam yang ditambahkan terhadap karakterisasi silika 10 yang dihasilkan dapat dijelaskan dengan fenomena yang terjadi sebagai berikut: proses kondensasi pada silika gel terus berlangsung walaupun proses pembentukan gel sudah mulai terjadi karena gugus hidroksil yang labil. Penambahan HCl pada larutan sodium silikat akan membentuk garam NaCl. Karena garam NaCl ini 15 terbentuk dari elektrolit kuat (HCl dan sodium silikat), maka garam NaCl terionisasi sempurna membentuk Na⁺ dan Cl⁻. Adanya ion Na⁺ dapat mempercepat reaksi kondensasi. Dimana ion-ion ini bereaksi dengan ion silikat yang bermuatan negatif sehingga membentuk agregasi (koagulasi). Laju koagulasi dan pertumbuhan partikel 20 adalah sebanding. Silika gel yang dihasilkan mempunyai ukuran campuran (besar dan kecil) sehingga luas permukaannya menjadi lebih kecil. Sementara itu, pada penambahan asam tartrat dihasilkan garam Na-tartrat. Karena garam Na-tartrat ini dibentuk dari elektrolit lemah (asam tartrat dan sodium silikat) maka garam 25 Na-tartrat terhidrolisis membentuk garam Na-tartrat itu sendiri dan ion OH⁻, sehingga konsentrasi garam Na-tartrat menjadi lebih tinggi tetapi pH gelas menjadi lebih tinggi. Meningkatnya pH gelas menurunkan laju koagulasi sehingga silika yang terbentuk mempunyai ukuran partikel yang seragam dengan luas permukaan yang 30 lebih besar (Schlomach & Kind, 2004). Volume pori silika yang disiapkan dengan asam klorida adalah 0,211 sampai 1,017 cm³/g, sedangkan dengan asam tartrat adalah 0,369 - 0,722 cm³/g.

Suhu aging yang digunakan juga mempengaruhi luas permukaan silika gel yang dihasilkan. Semakin besar suhu aging maka semakin kecil luas permukaan silika gel. Hal ini disebabkan laju pembentukan gel makin cepat pada suhu yang makin tinggi. Laju pembentukan gel yang makin cepat menyebabkan pertumbuhan silika pada dinding pori makin tebal yang mengarah pada penyusutan pori ketika proses pengeringan sehingga mengurangi ukuran pori, seperti yang terlihat pada gambar 5 dan 6.

10

15

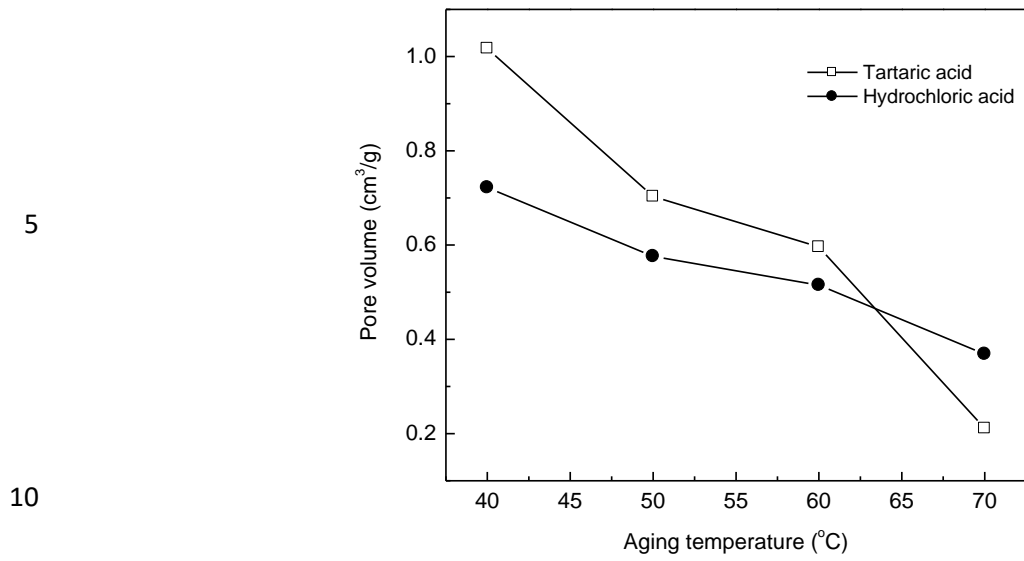
20



Gambar 4. Pengaruh suhu aging terhadap luas permukaan silika yang dihasilkan pada jenis asam yang berbeda

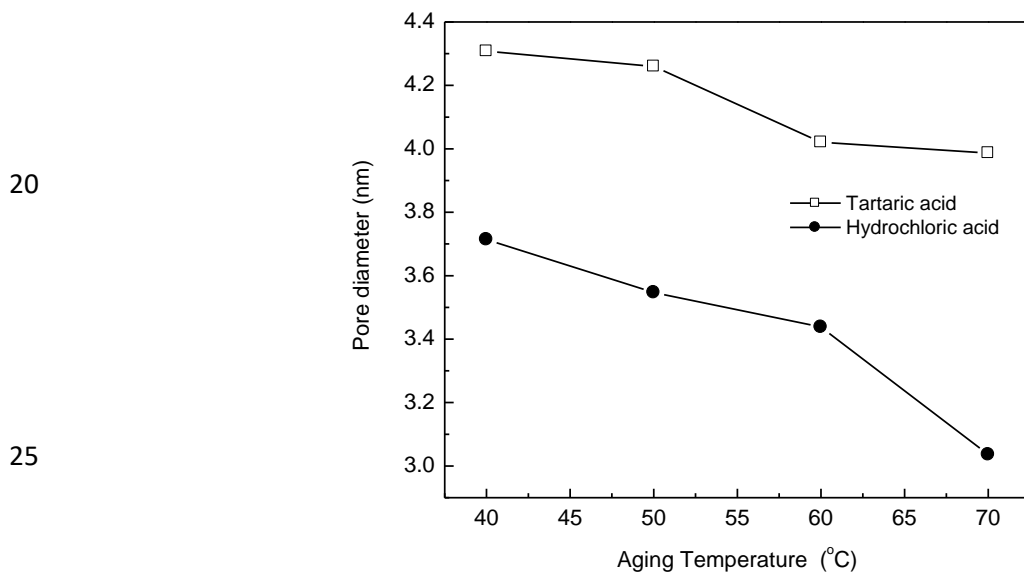
25

30



15

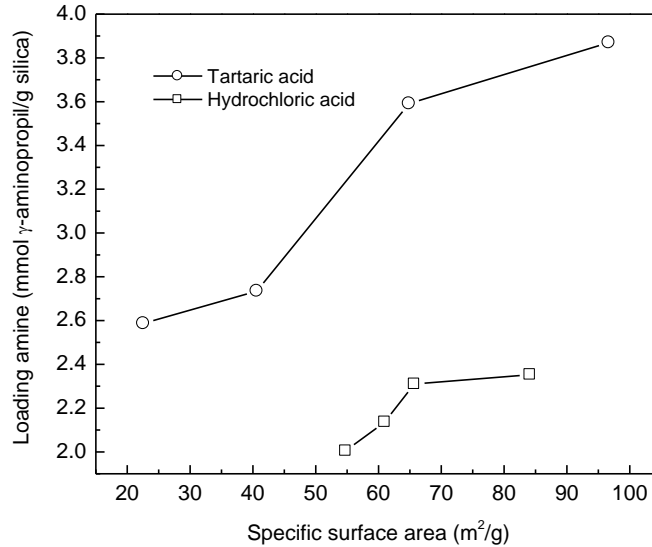
Gambar 5. Pengaruh suhu aging terhadap volume pori silika termodifikasi amine pada jenis asam yang berbeda



30

Gambar 6. Pengaruh suhu aging terhadap diameter pori silika termodifikasi amine pada jenis asam yang berbeda

5



10

Gambar 7. Pengaruh luas permukaan terhadap pemuatan amine pada jenis asam yang berbeda

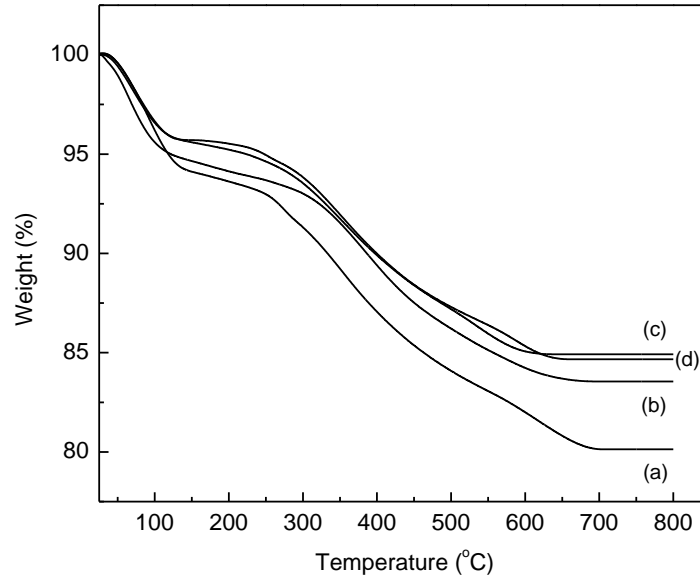
Pengaruh luas permukaan terhadap pemuatan amine pada silika yang disiapkan dengan jenis asam yang berbeda disajikan seperti pada Gambar 7. Terlihat dari gambar tersebut bahwa peningkatan luas permukaan akan memperbesar jumlah amine yang memodifikasi permukaan silika. Makin besar luas permukaan silika maka makin banyak gugus silanol yang terdapat pada permukaan silanol sehingga kemungkinan gugus amine menggantikan gugus silanol makin besar.

Pengukuran penyerapan gas CO₂ diuji kinerja adsorpsinya dengan analisis TGA. Kapasitas dinyatakan sebagai persentase massa adsorben kering. Hal ini dilakukan dengan menempatkan sampel silika termodifikasi dalam cawan platina pada termobalance. Untuk pengukuran adsorpsi, sampel dikeringkan pada suhu kamar hingga 800°C dengan laju alir gas N₂ 50 mL/min. Perubahan massa seiring dengan perubahan suhu digunakan untuk mengevaluasi kinerja dari adsorben terhadap penyerapan CO₂. Pada adsorpsi CO₂, kapasitas ditentukan dengan menghitung penurunan berat karbamat sebagai hasil dari reaksi amine dan CO₂. Karbamat, terdekomposisi pada suhu 40<T<700°C. Dari kurva TGA, dihitung besarnya perubahan berat pada suhu 40°C dikurangi penurunan berat pada suhu 700°C.

30

5

10

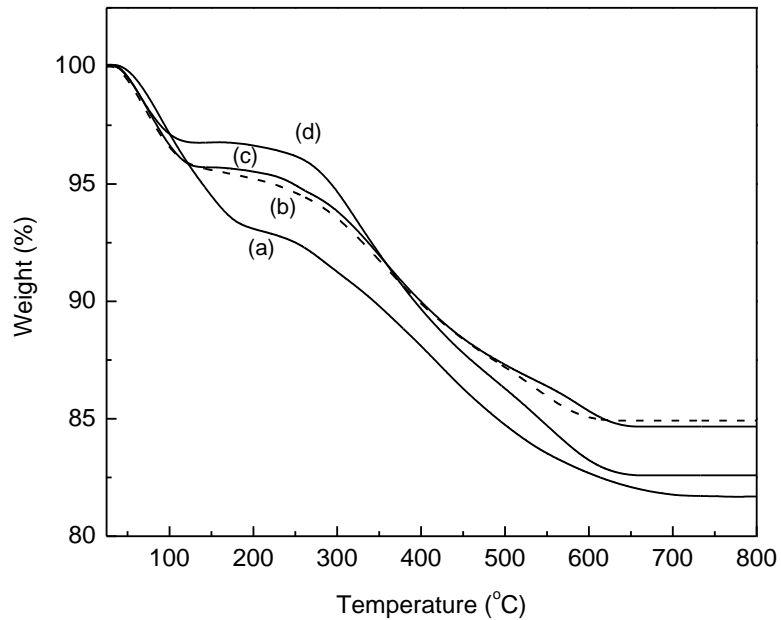


15

Gambar 8. Kurva TGA adsorpsi CO₂ pada silika-amine yang disiapkan menggunakan metode *in-situ* dengan penambahan HCl, dengan loading amine sebesar (a) 2,005; (b) 2,136; (c) 2,310 dan (d) 2,353 mmol γ -aminopropil/g sampel.

20

25



30

Gambar 9. Kurva TGA adsorpsi CO₂ pada silika-amine yang disiapkan menggunakan metode *in-situ* dengan penambahan asam tartrat, dengan loading amine sebesar (a) 3,870; (b) 3,591; (c) 2,735 dan (d) 2,587 mmol γ -aminopropil/g sampel.

Gambar 8 dan 9 menunjukkan kurva TGA adsorpsi CO₂ silika-amine yang disiapkan menggunakan metode *in-situ*. Pada Gambar 8, sampel disiapkan dengan menambahkan asam klorida untuk proses pembentukan gel. Terlihat dari kurva bahwa ada penurunan berat sampel pada awal pemanasan, yaitu suhu kamar hingga sekitar suhu 40°C. Pada range suhu ini terjadi dekomposisi pelarut yang digunakan. Penurunan akibat pemanasan yang lebih tinggi hingga 200°C menunjukkan adanya dekomposisi karbamat sebagai hasil reaksi antara CO₂ dan amine. Dekomposisi ini terus berlanjut hingga mencapai puncaknya pada suhu sekitar 700°C. Penentuan besarnya CO₂ yang berhasil diadsorpsi dihitung berdasarkan banyaknya dekomposisi karbamat. Dari kurva TGA, pada range suhu 40 - 700°C dapat dihitung gas CO₂ yang teradsorp adalah 0,450; 0,362; 0,339 dan 0,347 mmol CO₂/g silika berturut-turut untuk sampel dengan loading amine sebesar 2,005; 2,136; 2,310 dan 2,353 mmol γ -aminopropil/g sampel. Fenomena yang sama terjadi juga pada adsorben silika-amine yang disiapkan dengan penambahan asam tartrat, seperti yang terlihat pada Gambar 9. Besarnya gas CO₂ yang berhasil diserap oleh adsorben adalah 0,614; 0,534; 0,446 dan 0,415 mmol CO₂/g silika, berturut-turut untuk sampel dengan loading amine sebesar 3,870; 3,591; 2,735 dan 2,587 mmol γ -aminopropil/g sampel.

Klaim

1. Suatu adsorben CO₂ berbasis silika gel dari abu bagasse termodifikasi amine menggunakan metode *in-situ*.
2. Suatu adsorben CO₂ sesuai dengan klaim 1, dimana silika gel dari abu bagasse di modifikasi permukaannya dengan gugus amine (Aminopropil-trietoksisilan) menggunakan ko-pelarut etanol.
3. Suatu metode produksi adsorben CO₂ berbasis silika gel dari abu bagasse termodifikasi amine dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:
 - a. mengekstrak silika dari 10 gram abu bagasse dan dilarutkan dalam 60 mL NaOH 2N, dididihkan pada titik didihnya selama 60 menit dengan pengadukan konstan. Setelah itu didinginkan sampai suhu kamar dan difiltrasi dengan kertas saring Whatman -41. Filtrat yang diperoleh adalah sodium silikat dan digunakan sebagai bahan baku untuk membuat silica;
 - b. melarutkan senyawa pemodifikasi (Aminopropil-trietoksisilan) dalam ko-pelarut etanol dengan perbandingan 1 : 2;
 - c. menambahkan sodium silikat ke dalam campuran senyawa pemodifikasi yang sudah dilarutkan dalam etanol secara perlahan dan diaduk;
 - d. menambahkan asam tartar 1 N dan klorida 1 N ke dalam campuran sodium silikat dan senyawa pemodifikasi hingga terbentuk gel menggunakan *syringe pump* pada laju konstan 1 mL/menit;
 - e. mencuci gel yang sudah diaging dengan etanol.
4. Suatu metode produksi adsorben CO₂ berbasis silika gel dari abu bagasse termodifikasi amine sesuai dengan klaim 3, dimana aging dilakukan pada suhu 40°C, 50°C, 60°C dan 70°C.
5. Suatu metode produksi adsorben CO₂ berbasis silika gel dari abu bagasse termodifikasi amine sesuai dengan klaim 3, dimana pencucian gel dengan etanol dilanjutkan dengan pengeringan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam.

Abstrak**ADSORBEN CO₂ BERBASIS SILIKA GEL DARI ABU BAGASSE TERMODIFIKASI
AMINE DAN METODE PRODUKSINYA**

5 Invensi ini berkaitan dengan sintesis silika gel dari abu
bagasse dengan modifikasi gugus amine sebagai adsorben CO₂ dan
metode yang digunakan adalah in-situ. Adsorben dengan
karakterisasi baik yaitu kapasitas adsorpsi dan selektivitas
tinggi terhadap CO₂ didapatkan dengan memodifikasi permukaannya
10 dengan gugus amine. Dalam metode ini menggunakan ko-pelarut etanol
dalam proses modifikasi silika gel dengan gugus amine. Penambahan
asam tartrat dan asam klorida dalam membentuk struktur pori silika
gel dalam ukuran mesopori untuk memperbesar pemuatan amine pada
proses modifikasi. Proses produksi adsorben yang dihasilkan dengan
15 metode yang sesuai dengan invensi ini adalah mudah dilakukan karena
menggunakan metode sederhana ekstraksi basa pada suhu didihnya
pada persiapan prekursoranya, murah karena menggunakan limbah
sebagai *raw material*, waktu sintesis lebih pendek karena proses
pembentukan gel dan proses modifikasi dilakukan secara bersamaan
20 dan simultan serta aplikabel.

25

30