

**PENGARUH WAKTU SULFONASI DALAM SINTESIS KATALIS
KARBON CANGKANG BUAH KARET (*Heave brasiliensi*) UNTUK
PRODUKSI BODIESEL DARI *PALM FATTY ACID DISTILLATE***



NURHIDAYAH

NIM/TM. 18036045/2018

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

**PENGARUH WAKTU SULFONASI DALAM SINTESIS
KATALIS KARBON CANGKANG BUAH KARET (*Hevea
brasiliensi*) UNTUK PRODUKSI BIODISEL DARI *PALM
FATTY ACID DISTILLATE***

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar sarjana



NURHIDAYAH

NIM/TM. 18036045/2018

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengaruh Waktu Sulfonasi dalam Sintesis Katalis Karbon
Cangkang Buah Karet (Heave brasiliensi) untuk Produksi
Biodiesel dari Palm Fatty Acid Distillate

Nama : Nurhidayah

TM/NIM : 2018/18036045

Program Studi : Kimia

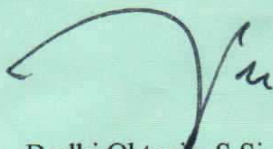
Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, November 2022

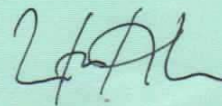
Disetujui Oleh:

Kepala Departemen Kimia



Budhi Oktavia, S.Si, M. Si, Ph.D
NIP. 197210241998031001

Dosen Pembimbing



Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 197703112003121003

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

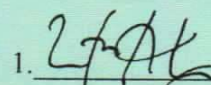
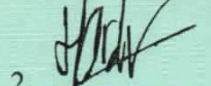
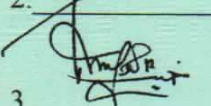
Nama : Nurhidayah
TM/NIM : 2018/18036045
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Pengaruh Waktu Sulfonasi dalam Sintesis Katalis Cangkang Buah Karet (*Hevea brasiliensis*) untuk Produksi Biodiesel dari Palma Fatty Acid Distillate

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 10 November 2022

Tim Penguji

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D	1. 
2	Anggota	Dr. Hardeli, M.Si	2. 
3	Anggota	Miftahul Khair, S.Si, M.Sc, Ph.D	3. 

SURAT PERNYATAAN


Nama : Nurhidayah
NIM : 18036045
Tempat/Tanggal Lahir : Rao/ 30 Julii 1999
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Pengaruh Waktu Sulfonasi dalam Sintesis Katalis Karbon Cangkang Buah Karet (Heave brasiliensi) untuk Produksi Biodiesel dari Palm Fatty Acid Distillate

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada daftar pustaka.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, 17 November 2022
Yang membuat pernyataan.


Nurhidayah
NIM : 18036045

**PENGARUH WAKTU SULFONASI DALAM SINTESIS KATALIS
KARBON CANGKANG BUAH KARET (*Hevea brasiliensi*) UNTUK
PRODUKSI BIODISEL DARI *PALM FATTY ACID DISTILLATE***

Nurhidayah

ABSTRAK

Dilakukan sintesis dan karakterisasi katalis karbon cangkang buah karet melalui variasi waktu sulfonasi untuk produksi biodiesel. Tujuan dari sintesis dan karakterisasi katalis ini adalah untuk mengetahui sifat fisiko kimia dan dapat diaplikasikan dalam pembuatan biodiesel. Hasil karakterisasi FTIR dari katalis menunjukkan adanya gugus sulfonat (-SO₃H) pada bilangan gelombang 1165 cm⁻¹ and 1030 cm⁻¹ yang menandakan proses sulfonasi telah berhasil dilakukan. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa katalis karbon cangkang buah karet tersulfonasi berstruktur amorf. Jumlah situs asam yang tertinggi yaitu pada katalis 3 sebesar 0,1407 mmol/g. Uji sifat biodiesel didapatkan nilai densitas biodiesel yang paling bagus sebesar 0,88704 g/ml, laju alirnya sebesar 1,1325 ml/s, nilai bilangan asamnya sebesar 116,274 mgKOH/g dan PFAD terkonversi menjadi biodiesel sebesar 44,08%

Kata kunci: Cangkang buah karet, Katalis karbon tersulfonasi, biodiesel

**EFFECT OF SULFONATION TIME IN THE SYNTHESIS OF CARBON
CATALYST OF RUBBER FRUIT SHELL (*Hevea brasiliensi*) FOR
BIODIESEL PRODUCTION FROM *PALM FATTY ACID DISTILLATE***

Nurhidayah

ABSTRACT

Synthesis and characterization of rubber fruit shell carbon catalyst has been carried out by varying the sulfonation time for biodiesel production. The purpose of the synthesis and characterization of this catalyst is to determine the physicochemical properties and can be applied in the manufacture of biodiesel. The results of the FTIR characterization of the catalyst show the presence of a sulfonate group ($-\text{SO}_3\text{H}$) at wave number of 1165 cm^{-1} and 1030 cm^{-1} which indicates that the sulfonation process has been successfully carried out. Characterization with XRD showed that the sulfonated rubber value was 116.274 mgKOH/g and the PFAD converted to biodiesel fruit shell carbon catalys had an amorphous structure. The highest number of acid sites was at catalyst 3 of 0.1407 mmol/g . The biodiesel properties test showed that the best biodiesel density value was 0.88704 g/ml , the flow rate was 1.1325 ml/s , the acid number was 44.08% .

***Keywords* — sulfonat carbon catalyst, rubber fruit cell, biodiesel**

KATA PENGANTAR

Bismillahirrohmanirrohim, puji syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah memberikan berkah kesehatan dan kesempatan kepada penulis untuk menyelesaikan proposal penelitian dengan judul **“Pengaruh Waktu Sulfonasi dalam Sintesis Katalis Karbon Cangkang Biji Karet (*Hevea brasiliensi*) untuk Produksi Biodiesel dari Palm Fatty Acid Distilate”**. Sholawat dan salam kita kepada Nabi Muhammad SAW sebagai contoh tauladan yang paling baik untuk kita semua.

Proposal penelitian ini diajukan untuk melengkapi syarat memperoleh gelar Sarjana Sains pada program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan proposal ini tidak terlepas dari do'a, bimbingan, Saran, serta informasi yang mendukung proposal penelitian ini dari berbagai pihak dengan segala bentuk bantuan. Untuk itu penulis pada kesempatan kali ini mengucapkan terima kasih dengan hati yang tulus kepada

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku Penasehat Akademik dan Pembimbing Tugas Akhir yang memberika bimbingan hingga tugas akhir ini selesai
2. Bapak Dr Hardeli, M.Si dan Miftahul Khair, S.Si, M.Sc, Ph.D selaku pembahas yang telah bersedia menjadi pembahas pada Ujian Skripsi.
3. Kedua Orang Tua dan Keluarga yang selalu memberi dukungan serta do'a kepada penulis dalam usaha menyelesaikan proposal penelitian ini.

4. Sahabat yang selalu memberi dukungan, semangat dan saran yang sangat tulus dan selalu ada dalam segala keadaan penulis dalam pembuatan proposal penelitian.
5. Teman teman kimia angkatan 2018 yang memberikan saran dan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan Proposal Penelitian.
6. Semua pihak yang terkait dan berkontribusi dalam penulisan proposal penelitian ini.

Penulis sangat mengharapkan kritikan atau saran untuk menyempurnakan proposal penelitian ini. Atas kritikan dan sarannya penulis mengucapkan terima kasih dengan setulus hati.

Padang, Maret 2022

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL.....	viii
BAB 1	1
PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Identifikasi Masalah	3
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	5
E. Tujuan Penelitian.....	5
F. Manfaat Penelitian	6
BAB II.....	7
TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Biodiesel yang Bersumber dari <i>Palm Fatty Acid Distillate</i>	7
B. Katalis Karbon Tersulfonasi.....	10
C. Karbon Cangkang Buah Karet Tersulfonasi.....	14
D. Karakterisasi katalis karbon tersulfonasi.....	17
E. Analisis Sifat Biodiesel	20
BAB III	23
METODOLOGI PENELITIAN.....	23
A. Waktu dan Tempat Penelitian	23
B. Objek Penelitian	23
C. Variabel Penelitian	23
D. Alat dan Bahan	24
E. Prosedur Kerja.....	25
BAB IV	32

HASIL DAN PEMBAHASAN.....	32
A. Katalis Karbon Cangkang Buah Karet	32
B. Uji Sifat- Sifat Biodiesel	38
C. Recycle Katalis.....	43
BAB V.....	48
PENUTUP.....	48
A. Kesimpulan.....	48
B. Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN.....	56

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Reaksi Umum Transesterifikasi (Folayan & Anawe, 2019)	8
Gambar 2. Reaksi Umum Esterifikasi (Sangar, Lan, et al., 2019).....	9
Gambar 3. Cangkang Buah Karet	14
Gambar 4. Struktur Selulosa	15
Gambar 5. Struktur Lignin	15
Gambar 6. Spektra FTIR DP (a),DPSF (b), dan katalis DPSF-SO ₃ H (Leesing et al., 2021)	18
Gambar 7. Pola XRD DP (a),DPSF (b), dan katalis DPSF-SO ₃ H (c)(Leesing et al., 2021)	19
Gambar 8. Spektra FTIR cangkang buah karet.....	34
Gambar 9. Situs Asam Karbon Cangkang Buah Karet.....	37
Gambar 10. Persen Konversi biodiesel Cangkang Buah Karet.....	42
Gambar 11. Situs Asam Biodiesel Cangkang Buah Karet Recycle.....	44
Gambar 12. Densitas Biodiesel Cangkang Buah Karet Recycle.....	44

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Penelitian tentang Biodiesel dari Esterifikasi PFAD	9
Tabel 2. Penelitian Penggunaan Limbah Organik sebagai Sumber Karbon Tersulfonasi.....	12
Tabel 3. Komposisi Kimia Cangkang Buah Karet (Ekebafé et al., 2017)	14
Tabel 4. Penelitian Karbon dari Cangkang Buah Karet.....	15
Tabel 5. Persyaratan Standar dan Mutu Biodiesel SNI Berbahan Baku Minyak Nabati dan ASM D6751-02	20
Tabel 6. Penamaan Sampel	25
Tabel 7. FTIR CBK dan KKCBK.....	63
Tabel 8. FTIR KKCBK 1 jam sampai 5 jam.....	63
Tabel 9. Data bilangan asam dan persen konversi biodiesel.....	67
Tabel 10. Data densitas Biodiesel	69
Tabel 11. Data laju alir biodiesel	70
Tabel 12. Data bilangan asam dan persen konversi biodiesel recycle	73
Tabel 13. Data densitas biodiesel recycle	74
Tabel 14. Data laju alir biodiesel recycle.....	75

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	56
Lampiran 2. Perhitungan Bilangan Penyabunan dan Mr	64
Lampiran 3. Dokumentasi kegiatan	76

BAB 1

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Peningkatan permintaan energi pada sektor transportasi menyebabkan terjadinya penipisan bahan bakar fosil yang sangat cepat. Tingginya penggunaan bahan bakar fosil juga menyebabkan pencemaran lingkungan dengan emisi karbon yang menyebabkan pemanasan global, kabut asap, dan penipisan ozon. Pencemaran lingkungan ini membutuhkan energi alternatif. Biodiesel dianggap menjadi sumber bahan bakar alternatif yang paling tepat untuk mengatasi permasalahan tersebut (Sundus et al., 2017)

Biodiesel adalah serangkaian ester mono-alkil dari asam lemak rantai panjang yang diproduksi melalui transesterifikasi minyak suling menggunakan katalis basa (Mendaros et al., 2020). Biodiesel merupakan sumber energi alternatif ideal terbarukan untuk mengganti bahan bakar diesel yang berasal dari minyak bumi (Ibrahim et al., 2020).

Produk sampingan yang dihasilkan dari pemurnian minyak sawit mentah adalah PFAD dan tidak dapat dimakan (Xu et al., 2020). Biodiesel dihasilkan dari reaksi PFAD (Palm Fatty Acid Desstillate) dengan alkohol primer yang disebut karakterisasi FFA disertai dengan penambahan katalis. Keuntungan biodiesel dari PFAD yaitu pengolahan yang mudah, dapat diperbaharui, efektif dalam proses pembakaran, tidak ada bau dari belerang, mengurangi polusi dan ramah lingkungan (Negm et

al., 2017) . Dalam meningkatkan produksi biodiesel dari PFAD diperlukan katalisator.

Katalis heterogen dibagi menjadi dua jenis yaitu katalis asam padat dan katalis basa padat. Katalis asam padat ramah lingkungan karena dapat mengurangi masalah korosi dan katalis jenis ini tidak terpengaruh oleh konsentrasi lemak bebas dalam minyak. Katalis asam padat berasal dari bahan alam seperti zeolit, silika-titania, oksida logam tersulfonasi dan karbon tersulfonasi dari senyawa organik. Katalis karbon tersulfonasi dapat disintesis dari limbah organik yang mengandung pati, selulosa, lignoselulosa dan lignin yang terdapat pada bambu, inti sawit dan cangkang karet. Produk katalis diaplikasikan untuk produksi biodiesel menggunakan *Palm Fatty Acid Distillate* (PFAD) (Yuliani et al., 2018).

Preparasi katalis asam padat hampir sama dengan preparasi arang aktif. Karbon aktif dapat dibuat dari bahan-bahan yang mengandung karbon. Salah satunya adalah dari tumbuhan, khususnya tumbuhan – tumbuhan yang mengandung lignin, selulosa, karbohidrat, atau zat kayu seperti batang pohon atau bagian tumbuhan yang lain yang mengandung lignin seperti biji – bijian, kulit, cangkang dan sebagainya (Lam & Luong, 2014)

Cangkang buah karet merupakan salah satu limbah organik yang banyak mengandung lignin namun belum banyak dimanfaatkan. Menurut Direktorat Jendral Industri dan Kimia Departemen Perindustrian tahun 2014, cangkang buah karet oleh petani belum dimanfaatkan secara

optimal, tidak memiliki nilai jual dan biasanya hanya dibuang dan dibakar padahal bahan tersebut memiliki potensi untuk diolah menjadi produk yang lebih bermanfaat dan bernilai jual, misalnya karbon aktif (Anis et al., 2014). Penelitian cangkang buah karet menjadi karbon aktif pernah dilakukan oleh (Suhdi & Wang, 2021b) menggunakan KOH dan $ZnCl_2$ sebagai aktivator. (Yuliani et al., 2018) telah melakukan penelitian sintesis dan karakterisasi katalis asam padat berbasis karbon cangkang karet tersulfonasi untuk esterifikasi PFAD.

Berdasarkan uraian di atas maka akan dilakukan pengaruh variasi waktu sulfonasi dalam sintesis katalis karbon cangkang buah karet untuk produksi biosiesel. Perbedaan pada waktu sulfonasi dilakukan untuk mempelajari keterkaitan antara waktu sulfonasi dengan aktivitas katalis. Preparasi katalis menggunakan metode kalsinasi pada suhu $350^\circ C$ untuk menghasilkan karbon dan disulfonasi dengan H_2SO_4 . Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan FTIR, XRD, dan situs asam selanjutnya akan diaplikasikan dalam produksi biodiesel dari PFAD. Biodiesel yang dihasilkan akan dilakukan uji viskositas, densitas, bilangan asam dan persen konversi.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Penggunaan bahan bakar fosil meningkat dan permasalahan yang terjadi menimbulkan upaya untuk mencari sumber energi alternatif yang terbarukan.

2. Biodiesel merupakan salah satu sumber energi terbarukan yang dapat diproduksi dari limbah organik yang mengandung trigliserida atau asam lemak bebas.
3. Kandungan asam lemak bebas (FFA) yang tinggi dalam *Palm Fatty Acid Destillate (PFAD)* memiliki potensi sebagai bahan baku dalam produksi biodiesel, dengan bantuan katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi
4. Cangkang buah karet mengandung selulosa dan lignin yang berpotensi digunakan sebagai katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Katalis karbon cangkang buah karet tersulfonasi disintesis berdasarkan penelitian sebelumnya dengan suhu kalsinasi 350°C selama 1 jam dilanjutkan proses sulfonasi dengan variasi waktu (1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam dan 5 jam) dengan merefluks karbon dengan H₂SO₄ pada suhu 160°C
2. Karakterisasi karbon dan katalis cangkang buah karet dilakukan dengan menggunakan instrument FTIR, XRD, dan penentuan situs asam.
3. Aplikasi katalis karbon cangkang buah karet tersulfonasi melalui reaksi esterifikasi untuk produksi biodiesel dari PFAD dan metanol
4. Karakterisasi biodiesel yang dihasilkan (*yield* FAME) dengan menggunakan instrument FTIR dan penentuan situs asam.

5. Pengujian sifat – sifat biodiesel dibatasi pada uji densitas, viskositas, bilangan asam, dan persen konversi

D. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana sifat fisikokimia dari katalis karbon cangkang buah karet yang disintesis berdasarkan variasi waktu sulfonasi dengan metode sulfonasi dan kalsinasi menggunakan H_2SO_4 .
2. Bagaimana aktivitas katalitik katalis cangkang buah karet tersulfonasi dalam mengkonversi PFAD menjadi biodiesel

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari sifat fisikokimia dari katalis karbon cangkang buah karet yang disintesis berdasarkan variasi waktu sulfonasi dengan metode kalsinasi dan sulfonasi dengan H_2SO_4
2. Mempelajari aktivitas katalitik cangkang buah karet tersulfonasi dalam mengkonversi PFAD menjadi biodiesel

F. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi sifat fisikokimia dari katalis karbon cangkang buah karet yang disintesis berdasarkan variasi waktu sulfonasi dengan metode kalsinasi dan sulfonasi dengan H_2SO_4
2. Memberikan informasi aktivitas katalitik cangkang buah karet tersulfonasi dalam mengkonversi PFAD