

**ESTERIFIKASI PFAD (*PALM FATTY ACID DISTILLATE*)
DENGAN KATALIS KARBON KULIT UBI KAYU
(*Manihot Esculenta*) TERSULFONASI**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai Salah Satu Persyaratan guna Memperoleh Gelar
Sarjana Sains (S.Si)*



Miranda Dwi Putri Gultom

NIM/TM. 17036023/2017

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2021

PERSETUJUAN SKRIPSI

**ESTERIFIKASI PFAD (*PALM FATTY ACID DISTILLATE*) DENGAN
KATALIS KARBON KULIT UBI KAYU (*Manihot Esculenta*)
TERSULFONASI**

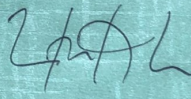
Nama : Miranda Dwi Putri Gultom
NIM : 17036023
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2021

Mengetahui:
Ketua Jurusan

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing


Fitri Amelia, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19800819 200912 2 002


Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19770311 200312 1 003

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

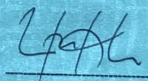
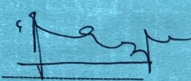
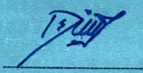
Nama : Miranda Dwi Putri Gultom
NIM : 17036023
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

ESTERIFIKASI PFAD (*PALM FATTY ACID DISTILLATE*) DENGAN KATALIS KARBON KULIT UBI KAYU (*Manihot Esculenta*) TERSULFONASI

*Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang*

Padang, Agustus 2021

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
Ketua	: Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D	
Anggota	: Edi Nasra, S.Si, M.Si	
Anggota	: Dr. Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Miranda Dwi Putri Gultom
NIM : 17036023
Tempat/Tanggal lahir : Sawahlunto/ 25 November 1998
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Esterifikasi PFAD (*Palm Fatty Acid Destillate*)
dengan Katalis Karbon Kulit Ubi Kayu (*Manihot
Esculenta*) Tersulfonasi**

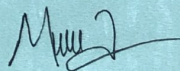
Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya 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 kepustakaan.
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, Agustus 2021

Yang menyatakan



Miranda Dwi Putri Gultom
NIM : 17036023

Esterifikasi PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) dengan Katalis Karbon Kulit Ubi Kayu (*Manihot Esculenta*) Tersulfonasi

Miranda Dwi Putri Gultom

ABSTRAK

Esterifikasi biodiesel dilakukan dengan variasi massa katalis (2%, 3%, 4% dan 5 %), variasi waktu (1 jam, 2 jam, 3 jam dan 4 jam) dan variasi suhu (55°C, 60°C, 65°C dan 67°C). Penelitian ini bertujuan untuk menguji aktivitas katalitik dari katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi dalam pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi antara PFAD dan metanol. Katalis karbon kulit ubi kayu dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan penentuan situs asam. Hasil FTIR menunjukkan gugus sulfat terdeteksi pada pita serapan di bilangan gelombang 1163 cm^{-1} dan 1031 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi O-S-O. Pola difraktogram XRD menunjukkan struktur amorf pada katalis. Dari penentuan situs asam diketahui nilai asam pada katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi sebesar 1.21 mmol.g^{-1} . Setelah itu dilakukan uji sifat fisika dari biodiesel yaitu uji densitas, laju alir, bilangan asam dan persen konversi. Berdasarkan hasil pengujian sifat fisika biodiesel, diperoleh massa optimum biodiesel menggunakan katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi 3%, waktu optimum 2 jam dan suhu optimum 65°C. Persen Konversi dari hasil optimum dari massa katalis, waktu dan suhu esterifikasi mampu mengkonversi PFAD menjadi biodiesel sebesar 59.93%. Densitas, laju alir, dan bilangan asam telah mengalami penurunan dibandingkan dengan PFAD.

Kata kunci : Esterifikasi, Biodiesel, Aktivitas katalitik

Esterification of PFAD (Palm Fatty Acid Distillate) with Sulfonated Cassava Bark (Manihot Esculenta) Carbon Catalyst

Miranda Dwi Putri Gultom

ABSTRACT

Esterification of biodiesel was carried out with variations in catalyst mass (2%, 3%, 4% and 5%), time variations (1 hour, 2 hours, 3 hours and 4 hours) and temperature variations (55°C, 60°C, 65°C and 67°C). This study aimed to examine the catalytic activity of sulfonated cassava peel carbon catalyst in the manufacture of biodiesel through an esterification reaction between PFAD and methanol. Cassava peel carbon catalyst was characterized using FTIR, XRD and acid site determination. The FTIR results showed that sulfate groups were detected in the absorption band at wave numbers 1163 cm^{-1} and 1031 cm^{-1} indicating the presence of O-S-O vibrations. The XRD diffractogram pattern shows the amorphous structure of the catalyst. From the determination of the acid site, it is known that the acid value of the sulfonated cassava peel carbon catalyst is 1.21 mmol.g^{-1} . After that, the physical properties of biodiesel were tested, namely the density test, flow rate, acid number and percent conversion. Based on the results of testing the physical properties of biodiesel, the optimum mass of biodiesel was obtained using 3% sulfonated cassava peel carbon catalyst, optimum time of 2 hours and optimum temperature of 65°C. Percent Conversion from the optimum yield of catalyst mass, esterification time and temperature was able to convert PFAD into biodiesel by 59.93%. Density, flow rate, and acid number have decreased compared to PFAD.

Key words : Esterification, Biodiesel, Catalytic activity

KATA PENGANTAR

Puji beserta Syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Esterifikasi PFAD (*Palm Fatty Acid Destilate*) dengan Katalis Karbon Kulit Ubi Kayu (*Manihot Esculenta*) Tersulfonasi”**.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Pada kesempatan kali ini penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya atas doa, bimbingan, dorongan dan semangat kepada ;

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D sebagai Pembimbing Tugas Akhir sekaligus Dosen Pembimbing Akademik.
2. Bapak Edi Nasra, S.Si, M.Si sebagai dosen pembahas.
3. Ibu Dr. Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si sebagai dosen pembahas.
4. Ibu Fitri Amelia, S.Si, M.Si, Ph.D sebagai ketua Jurusan Kimia dan Bapak Edi Nasra, S.Si, M.Si sebagai sekretaris Jurusan Kimia FMIPA UNP
5. Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D sebagai ketua Program Studi Kimia FMIPA UNP.
6. Bapak dan Ibu staf pengajar serta seluruh staf akademik dan non akademik di Jurusan Kimia FMIPA UNP.

Untuk kesempurnaan dalam penyusunan skripsi ini besar harapan penulis kepada semua pihak untuk dapat memberikan kritik dan saran yang membangun. Penulis berharap skripsi ini dapat memberikan manfaat untuk semua pihak yang membaca.

Padang, Agustus 2021

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Indentifikasi Masalah.....	4
C. Batasan Masalah	4
D. Rumusan Masalah.....	5
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat penelitian	5
BAB II LANDASAN TEORI.....	6
A. Biodisel	6
B. Sumber Bahan Baku Biodisel	8
C. Katalis Dalam Produksi Biodisel	9
1. Katalis Homogen	9
2. Katalis Heterogen.....	9
3. Katalis Enzimatik.....	10
D. Kulit Ubi Kayu.....	11
E. Sulfonasi Kulit Ubi Kayu.....	11
F. Karbonisasi Kulit Ubi Kayu.....	12
G. Karakterisasi katalis asam padat	12
1. XRD	12
2. TGA	13
3. FTIR.....	15

H. Sifat-sifat Fisika Biodisel.....	16
1. Densitas.....	16
2. Viskositas.....	16
3. Bilangan asam.....	16
4. Bilangan Penyabunan.....	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	18
A. Waktu dan Tempat Penelitian	18
B. Variabel Penelitian.....	18
C. Alat dan Bahan.....	18
1. Alat.....	18
2. Bahan	19
D. Prosedur Kerja	19
1. Preparasi Katalis Asam Padat	19
2. Karakterisasi Katalis Asam Padat	20
3. Aplikasi Katalis Karbon Kulit Ubi Kayu	21
4. Uji Sifat Biodiesel.....	22
5. Desain Penelitian	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
A. Sifat Fisikokimia Katalis Karbon Kulit Ubi Kayu Tersulfonasi	25
B. Uji Sifat Fisika Biodiesel	28
1. Biodiesel dari Optimasi Massa Katalis	29
2. Biodiesel dari Optimasi Waktu	34
3. Biodiesel dari Optimasi Suhu	38
BAB V PENUTUP.....	42
A. Kesimpulan	42
B. Saran	42
REFERENSI	43
LAMPIRAN.....	48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Persamaan umum reaksi transesterifikasi	7
Gambar 2. Reaksi Esterifikasi.....	7
Gambar 3. Pola XRD dari katalis asam padat yang diturunkan dari karbon	13
Gambar 4. Profil Termogravimetri	14
Gambar 5. Spektra FTIR dari Karbon Glukosa (ICG) dan katalis sulfonasi	15
Gambar 6. Spektra FTIR Kulit Ubi Kayu, Karbon dan Katalis Kulit Ubi Kayu Tersulfonasi	25
Gambar 7. Pola XRD dari K-KUK 450 ⁰ C	27
Gambar 8. Situs aktif karbon kulit ubi kayu tersulfonasi.....	28
Gambar 9. Densitas Variasi Massa Katalis	29
Gambar 10. Laju alir variasi massa katalis	30
Gambar 11. Bilangan Asam Variasi Massa Katalis	31
Gambar 12. Persentase konversi dari variasi massa katalis	32
Gambar 13. Densitas Variasi Waktu.....	34
Gambar 14. Laju Alir Variasi Waktu.....	35
Gambar 15. Bilangan Asam Variasi Waktu.....	36
Gambar 16. Persen Konversi Variasi Waktu	37
Gambar 17. Densitas Variasi Suhu	38
Gambar 18. Laju Alir Variasi Suhu	39
Gambar 19. Bilangan Asam Variasi Suhu	40
Gambar 20. Persen Konversi Variasi Suhu.....	41

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sifat fisikomia dan karakteristik PFAD (Lokman, Rashid, & Taufiq-Yap, 2015)	8
Tabel 2. Struktur kimia asam lemak (Atabani et al., 2012).	17

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	48
Lampiran 2. Perhitungan Bilangan Penyabunan dan Mr	54
Lampiran 3. Perhitungan Bahan Baku Produksi Biodiesel.....	54
Lampiran 4. Perhitungan PFAD.....	55
Lampiran 5. Data dan Perhitungan Variasi Massa Katalis	56
Lampiran 6. Perhitungan Variasi Waktu.....	60
Lampiran 7. Perhitungan Variasi Suhu	64
Lampiran 8. Perhitungan Situs Asam	68
Lampiran 9. Dokumen Kegiatan.....	69

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Produksi biodiesel dapat dilakukan dengan reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi. Reaksi esterifikasi berlangsung antara asam lemak bebas dengan alkohol rantai pendek sedangkan reaksi transesterifikasi berlangsung antara trigliserida dengan alkohol rantai pendek (Borah et al., 2018). Trigliserida umumnya diperoleh setelah penghilangan kandungan Free Fatty Acid (FFA) dalam minyak nabati sedangkan FFA umumnya banyak diperoleh dari material limbah. Oleh sebab itu, proses produksi biodiesel melalui reaksi esterifikasi relatif lebih murah dibandingkan dari reaksi transesterifikasi (Mansir et al., 2018).

Beberapa material limbah yang pernah dilaporkan untuk produksi biodiesel adalah limbah nabati (minyak jelantah dan PFAD) dan lemak hewani (lemak babi dan lemak ayam). Limbah nabati seperti PFAD (Palm Fatty Acid Distillate) merupakan salah satu bahan baku yang menjanjikan untuk produksi biodiesel. Jika dibandingkan dengan lemak hewani, PFAD lebih mudah diperoleh dalam jumlah yang besar dari pengolah sawit mentah (CPO). Komposisi kimia PFAD adalah asam lemak bebas (85%), trigliserida (10%) dan sisanya dalam jumlah kecil seperti sterol, vitamin E dan squalene (Akinfalabi, Rashid, Yunus, & Taufiq-Yap, 2017). Tingginya kandungan FFA dalam PFAD menjadi daya tarik peneliti untuk mengkonversinya menjadi biodiesel melalui reaksi esterifikasi.

Esterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan yang berlangsung lambat sehingga dibutuhkan katalis untuk mempercepat laju pembentukan produk (S. F. Ibrahim et al., 2020). Katalis yang sesuai digunakan untuk esterifikasi adalah katalis asam, baik dalam fasa homogen atau heterogen. Katalis heterogen lebih berkembang karena proses pemisahan produk dari katalis relative sederhana dan biaya relatif lebih murah dari segi penggunaan energi dan zat kimia (Mansir et al., 2017).

Katalis heterogen dapat berupa katalis basa padat dan asam padat. Katalis basa padat hanya sesuai untuk bahan baku yang mengandung trigliserida sedangkan katalis asam padat sesuai untuk bahan baku minyak yang mengandung FFA yang tinggi (Talha & Sulaiman, 2016). Kelebihan dari katalis asam padat yaitu ramah lingkungan karena dapat mengurangi masalah korosif dan katalis ini tidak dipengaruhi konsentrasi asam lemak bebas didalam minyak (Wong et al., 2020). Sifat asam dari katalis dapat terjadi secara alami (zeolite), kombinasi dua oksida ($\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$) (Nizar et al., 2013) atau sulfonasi/sulfasi material (karbon tersulfonasi) (Farabi et al., 2019).

Katalis karbon tersulfonasi lebih umum digunakan sebagai katalis dalam esterifikasi PFAD menjadi biodisel. Katalis ini dihasilkan dari substitusi gugus sulfonat ke dalam matriks karbon yang disebut dengan sulfonasi. Sumber katalis karbon tersulfonasi berasal dari limbah organik sehingga menghasilkan karbon yang memiliki struktur polisiklik (Garg et al., 2014). Limbah organik yang telah dilaporkan adalah cangkang sawit, bambu, kerang sayap malaikat, biji alpukat dan lain-lain (Kefas et al., 2018).

Biji sawit dan bambu telah dilaporkan sebagai sumber karbon yang dikarbonisasi dengan metode pirolisis pada suhu 500°C selama 5 jam. Karbon tersebut

disulfonasi dengan HSO_3Cl pada suhu 70°C selama 4 jam. Katalis yang dihasilkan dapat digunakan dalam produksi biodiesel dengan PFAD. Presentase biodiesel yang dihasilkan dari reaksi sebesar 95% untuk biji sawit dan 94,2% untuk bambu (Farabi, Ibrahim, Rashid, & Taufiq-Yap, 2019). Tandan kelapa sawit dilaporkan sebagai sumber karbon yang dikarbonisasi dengan metode 3 pirolisis pada suhu 700°C selama 2 jam. Karbon tandan kelapa sawit di sulfonasi dengan HSO_3Cl pada suhu 70°C . Presentase yang dihasilkan dari katalis tandan kelapa sawit sebesar 98,6% (Ibrahim et al., 2019). Katalis yang disintesis dapat digunakan kembali hingga beberapa kali dan bisa mempertahankan aktivitas katalitiknya (Kefas et al., 2018).

Kulit ubi kayu merupakan biomassa yang dibuang selama pengolahan singkong (A. Adekunle et al., 2016). Komposisi kimia dari kulit ubi kayu adalah pati yang tinggi, di dalam kulit ubi kayu juga terdapat sekitar 4-5% (b/b) selulosa (S. Wang et al., 2020). Sulfonasi karbon dari bahan pati dengan membentuk kepadatan yang tinggi dan situs aktif yang tinggi. Katalis ini juga menunjukkan aktifitas katalitik yang tinggi dan stabil serta dapat digunakan kembali (M. Wang et al., 2015). Tingginya kandungan pati dan selulosa dari kulit ubi kayu tersebut, maka berpotensi sebagai sumber karbon untuk sintesis katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi.

Berdasarkan uraian di atas maka akan dilakukan sintesis katalis karbon dari kulit ubi kayu tersulfonasi. Sulfonasi dilakukan menggunakan H_2SO_4 dan katalis akan dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, dan TGA, serta akan di aplikasikan dalam produksi biodiesel dari PFAD. Biodiesel yang terbentuk akan dilakukan uji densitas, viskositas, bilangan asam, bilangan penyabunan dan persen konversi.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut :

1. Biodiesel dapat diproduksi dari bahan limbah yang mengandung FFA yang tinggi seperti PFAD melalui reaksi esterifikasi.
2. Reaksi esterifikasi memerlukan katalis heterogen (katalis asam padat).
3. Katalis asam padat dapat disintesis melalui proses sulfonasi karbon dari limbah organik.
4. Kulit ubi kayu dapat dijadikan sumber karbon untuk katalis karbon tersulfonasi.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sintesis katalis asam padat tersulfonasi dilakukan dengan cara sulfonasi dengan merendam karbon dengan H_2SO_4 pada suhu 160°C selama 4 jam.
2. Kalsinasi dilakukan pada suhu 450°C selama 1 jam.
3. Aplikasi katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi pada produksi biodiesel menggunakan reaksi esterifikasi dengan PFAD dan methanol.
4. Karakterisasi katalis kulit ubi kayu dilakukan dengan menggunakan instrument FTIR dan XRD.

D. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana sifat fisikokimia dari katalis karbon kulit ubi kayu yang disintesis melalui proses kalsinasi pada suhu 450°C selama 1 jam?
2. Bagaimana sifat-sifat biodisel yang dihasilkan dari esterifikasi PFAD menggunakan katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi yang disintesis melalui variasi massa katalis, waktu dan suhu?

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengidentifikasi sifat fisikokimia dari katalis karbon kulit ubi kayu yang disintesis melalui proses kalsinasi pada suhu 450°C selama 1 jam.
2. Mengidentifikasi sifat-sifat biodisel yang dihasilkan dari esterifikasi PFAD menggunakan katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi yang disintesis melalui variasi massa katalis, waktu dan suhu.

F. Manfaat penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui sifat fisikokimia dari katalis karbon kulit ubi kayu yang disintesis melalui proses kalsinasi pada suhu 450°C selama 1 jam.
2. Mengetahui sifat-sifat biodisel yang dihasilkan dari esterifikasi PFAD menggunakan katalis karbon katalis kulit ubi kayu tersulfonasi yang disintesis melalui variasi massa katalis, dan suhu.

BAB II

LANDASAN TEORI

A. Biodisel

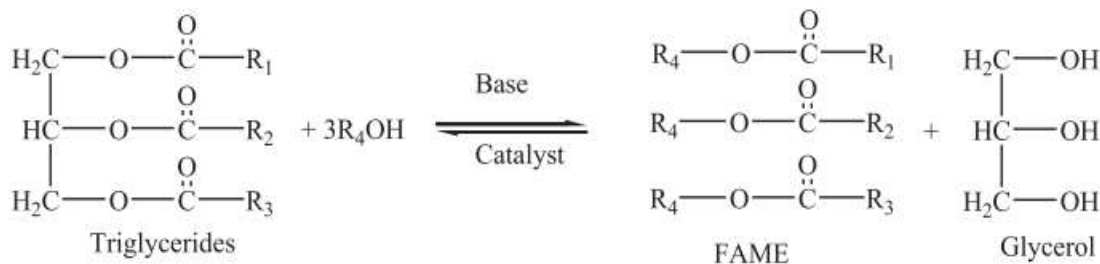
Biodisel adalah mono-alkil metil ester yang dapat dihasilkan dari transesterifikasi atau esterifikasi minyak nabati maupun lemak hewani (Nur et al., 2019). Biodisel merupakan alternatif bahan bakar terbarukan untuk masa depan dan memberikan manfaat bagi lingkungan. Keuntungan biodisel diantaranya biofuel terbarukan dan biodegradable, menghasilkan emisi yang rendah bagi lingkungan (Sarno & Iuliano, 2019), tidak beracun, kandungan sulfur rendah, mempunyai titik nyala yang unggul dan memiliki efisiensi pembakaran yang lebih tinggi (Talha & Sulaiman, 2016).

Esterifikasi asam lemak bebas dan transesterifikasi trigliserida adalah dua reaksi utama untuk mengubah lipid menjadi biodiesel dimana tiga molekul asam lemak bebas (FFA) dan 1 molekul gliserol (Bastos et al., 2020) dengan bantuan katalis asam atau basa dan penambahan alkohol rantai pendek (Ibrahim et al., 2020). Esterifikasi adalah reaksi yang lebih mudah daripada transesterifikasi karena memungkinkan penghapusan produk reaksi (air) dengan mudah, ini tidak terjadi pada transesterifikasi suhu tinggi dimana gliserol tetap ada dan larut (Salvi & Panwar, 2012).

Produksi biodiesel melalui pemanfaatan bahan awal yang lebih murah seperti distilat asam lemak sawit (PFAD), lemak hewani, minyak jarak pagar, minyak goreng bekas dan minyak goreng bekas dapat mengurangi biaya untuk menggantikan bahan

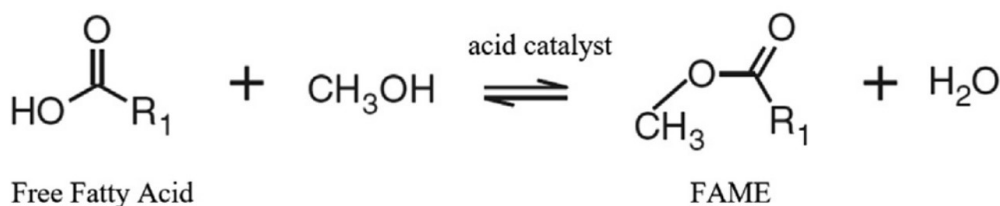
baku yang sangat mahal (Mansir et al., 2018). Namun, kelemahan utama minyak nabati digunakan sebagai bahan baku adalah tingginya harga minyak nabati dan terdapat persaingan dalam penggunaan untuk makanan dan bahan bakar. Dalam hal ini, minyak yang tidak dapat dimakan seperti PFAD, lemak hewani dan minyak jelantah menjadi solusi untuk produksi biodiesel karena harganya yang lebih murah (Kefas et al., 2018).

Reaksi transesterifikasi trigliserida (komponen utama minyak nabati) dengan alkohol rantai pendek (methanol) dengan adanya katalis akan menghasilkan produk utama asam lemak metil ester (FAME) dan produk samping gliserol (Mansir et al., 2018).



Gambar 1. Persamaan umum reaksi transesterifikasi (Mansir et al., 2018).

Esterifikasi merupakan suatu reaksi reversibel sederhana yang terlibat dalam produksi biodiesel, FFA diubah menjadi asam lemak metil ester (FAME) melalui reaksi methanol dengan bantuan katalis (Nata et al., 2017).



Gambar 2. Reaksi Esterifikasi (Sangar et al., 2019).

B. Sumber Bahan Baku Biodisel

Destilat asam lemak sawit (PFAD) merupakan produk sampingan dari proses penyulingan minyak sawit mentah yang tidak diinginkan. PFAD menjadi bahan baku yang menjanjikan untuk produksi biodiesel dan lebih murah daripada minyak nabati karena tidak dapat dikonsumsi. Kandungan asam lemak (FFA) pada PFAD cukup tinggi sekitar 85%, (N. A. Ibrahim et al., 2019), trigliserida (10% berat) dan kandungan kecil sterol, vitamin E dan squalene (Akinfalabi et al., 2017).

Esterifikasi katalis asam padat turunan glukosa tersulfonasi dengan PFAD menghasilkan konversi biodiesel 92,3%. Reaksi ini menggunakan massa katalis 2,5% dengan rasio molar metanol terhadap PFAD 10: 1 dan terjadi pada suhu 75°C selama 2 jam. Hasil ini menunjukkan katalis asam turunan glukosa tersulfonasi berpotensi untuk reaksi esterifikasi karena PFAD memiliki FFA tinggi dan menghasilkan biodiesel biaya rendah (Lokman, Rashid, et al., 2015).

Tabel 1. Sifat fisikomia dan karakteristik PFAD (Lokman, Rashid, & Taufiq-Yap, 2015)

Properti	PFAD	Metode
Nilai yodium, Wijs/g.(100g) ⁻¹	54.8	
Konten FFA / %	86,3 ± 1,75	AOCS Ca 5a-40
Nilai asam / (mgKOH).(sampel g) ⁻¹	172,6 ± 3,53	
Massa konvensional per volume pada 50°C (kg.L ⁻¹)	0.8634	ISO 6883 (1995)
Titer / °C	46.7	AOCS Tr 1a-64
Konten kelembapan (berdasarkan massa) / %	0,089 ± 0,004	
Nilai saponifikasi/ (mg KOH) . (g sampel) ⁻¹	149.74 ± 4.72	AOCS Tr 1a-64
Materi tak tersaponifikasi (berdasarkan massa) / %	1.61	AOCS TK 1a-64
Berat molekul rata-rata/g.mol ⁻¹	235 ± 5.4	

C. Katalis Dalam Produksi Biodiesel

1. Katalis Homogen

Katalis asam dan basa homogen berada dalam fasa yang sama dalam produksi biodiesel. Katalis basa cair kurang baik untuk produksi biodiesel karena akan terjadi reaksi saponifikasi antara asam lemak bebas (FFA) dengan minyak yang mengandung air sehingga akan menghasilkan sabun. Sedangkan katalis asam cair, meskipun tidak sensitif terhadap FFA dalam bahan baku dan dapat mengkatalisis esterifikasi dan transesterifikasi secara bersamaan, katalis asam cair kurang populer dalam reaksi esterifikasi atau transesterifikasi karena memiliki laju reaksi yang relatif lambat (Talha & Sulaiman, 2016).

Penggunaan katalis homogen menghasilkan rendemen yang tinggi biodiesel pada suhu ringan dan waktu reaksi lebih singkat. Katalis homogen memiliki beberapa kekurangan terkait dengan pemisahan katalis, tidak dapat digunakan kembali, dan menghasilkan kelebihan air limbah selama proses. Untuk mengatasi keterbatasan yang terkait dengan katalis homogen, penggunaan katalis heterogen lebih disukai karena menghilangkan biaya yang terkait dengan pemurnian dan pemisahan dan karenanya bisa jadi diterapkan untuk produksi komersial (Borah et al., 2018).

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis dengan fasa yang berbeda dengan produk dan reaktan. Dalam produksi biodiesel penggunaan katalis ini mempunyai beberapa keuntungan seperti, banyak tersedia, proses pemisahan katalis heterogen dari produknya mudah dan sederhana sehingga biaya produksi lebih rendah, serta usia

katalis yang cukup lama. Hal ini menyebabkan penggunaan katalis heterogen lebih disarankan dalam produksi biodiesel . Dibandingkan dengan katalis asam heterogen, katalis basa heterogen lebih aktif sama seperti katalis homogen. Selain itu, katalis padat misalnya kalsium oksida (CaO) memberikan banyak keuntungan seperti aktivitas yang lebih tinggi, masa pakai katalis yang panjang, dan dapat berjalan pada kondisi reaksi sedang. Meskipun demikian, CaO sebagai katalis juga dapat memperlambat laju reaksi produksi biodiesel (Talha & Sulaiman, 2016).

Katalis heterogen dapat berupa padatan basa atau asam. Di antara katalis heterogen, padatan dengan gugus asam adalah alternatif yang layak, karena memiliki aktivitas terhadap reaksi esterifikasi dan transesterifikasi, mereka tidak sensitive terhadap keberadaan air dan FFA dan tidak korosif (Fonseca et al., 2020).

3. Katalis Enzimatik

Katalis enzim terjadi tanpa pembentukan produk samping, produk pemulihan mudah, kondisi reaksi ringan tidak sensitive terhadap minyak FFA tinggi dan dapat digunakan kembali. Dengan demikian, produk biodiesel yang dikatalisasi enzim telah terbukti memiliki potensi tinggi sebagai proses yang ramah lingkungan dan alternative yang menjanjikan untuk proses kimiawi. Akan tetapi, produksi biodiesel yang dikatalis enzim memiliki beberapa keterbatasan terutama jika diimplementasikan dalam skala industri karena mahalnya biaya enzim, laju reaksi yang lambat dan deaktivasi enzim (Talha & Sulaiman, 2016).

D. Kulit Ubi Kayu

Singkong (*Manihot esculenta* Crantz) adalah tanaman pokok bagi lebih dari 800 juta orang dan sekitar 263 juta ton diproduksi setiap tahun di seluruh dunia. Hal ini sering menyebabkan pembentukan sejumlah besar residu dalam bentuk kulit yang biasanya mencapir sekitar 20-35% dari keseluruhan umbi. Kulit singkong merupakan limbah lignoselulosa yang mengandung struktur polimer seperti selulosa, hemiselulosa lignin dan sangat kaya akan pati (Aruwajoye et al., 2017).

Ubi kayu merupakan tanaman umbi-umbian tropis yang bisa tumbuh subur di lahan yang tidak subur dengan kebutuhan minimal pupuk, herbisida dan insektisida. Selain itu, dapat ditanam dan dipanen sepanjang tahun, yang menghindari kekurangan musiman jenis bahan baku ini. Dengan demikian, ubi kayu dapat dijadikan bahan baku dalam pembuatan bioethanol karena kandungan pati yang tinggi, penggunaan lahan yang rendah, ketersediaan sepanjang tahun, dan tidak bersaing dengan pasokan pangan langsung (S. Wang et al., 2020).

Kulit ubi kayu yang biasanya dibuang sembarangan dapat menyebabkan degradasi lingkungan. Dengan demikian kulit ubi kayu memberikan peluang untuk produksi bioethanol. Kulit ubi kayu memiliki kadar air antara 68-75% tergantung varietas dan seperti yang dapat dikonfirmasi (A. Adekunle et al., 2016).

E. Sulfonasi Kulit Ubi Kayu

Sulfonasi adalah proses substitusi gugus sulfonat (HSO_3) pada kerangka karbon senyawa aromatik polisiklik. Cincin aromatik polisiklik memberikan struktur yang kuat dan stabil terikat secara kovalen dengan gugus HSO_3 sebagai bahan asam padat

yang tidak larut. Sulfonasi karbon dari bahan organik menghasilkan katalis karbon tersulfonasi yang menunjukkan aktivitas katalitik yang lebih baik (Lokman et al., 2014).

Para peneliti melakukan karbonisasi D-glukosa yang tidak lengkap diikuti oleh sulfonasi dengan asam sulfat pekat. Karbon berfungsi sebagai pendukung untuk gugus sulfonat ($-\text{SO}_3\text{H}$) dan karena sifatnya yang unik, dapat digunakan dalam katalis heterogen, mengurangi batasan perpindahan massa dan meningkatkan laju reaksi (Fonseca et al., 2020).

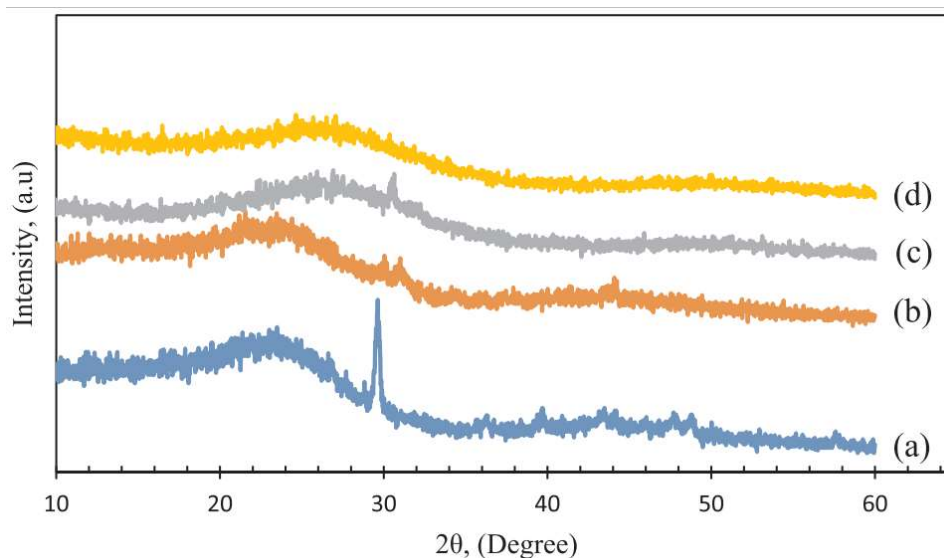
F. Karbonisasi Kulit Ubi Kayu

Kalsinasi adalah penguraian suatu material pada suhu tinggi dengan adanya udara atau tanpa adanya udara. Senyawa organik yang dikalsinasi diamati variasi waktu dan suhu terhadap luas permukaan, volume pori, diameter pori keseluruhan dan sifat karakteristik kimia (Julius, 2015).

G. Karakterisasi katalis asam padat

1. XRD

XRD merupakan teknik berdasarkan hamburan sinar-X oleh elektron dari atom penyusun kristal. Ketika sinar X-Ray menimpa permukaan dari bahan kristal pada sudut θ , sebagian kecil yang tersebar oleh atom di permukaan, dan fraksi yang tidak tersebar dari sinar X-ray mencapai atom dalam struktur kristal. Analisis difraksi sinar-X serbuk (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur dan kristalografi sampel katalis yang disintesis (Mansir et al., 2018).



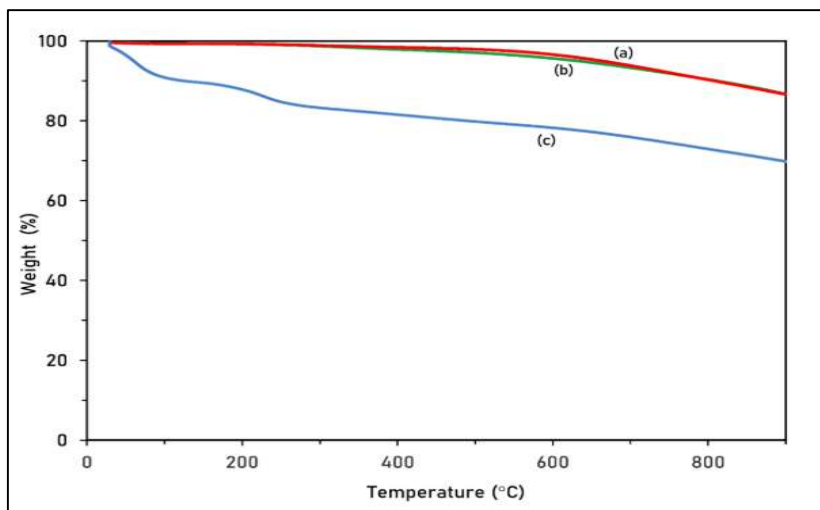
Gambar 3. Pola XRD dari katalis asam padat yang diturunkan dari karbon (a) PKS Mentah (b) Bambu Mentah, (c) PKS-SO₃H, (d) Bambu-So₃H (Farabi et al., 2019).

Analisis difraksi sinar-X dari katalis asam padat dari karbon cangkang kulit sawit dan bambu pada gambar 3. Katalis yang disiapkan, baik mentah atau tersulfonasi menggambarkan satu puncak lebar dan satu puncak lemah pada 2θ 10–30 dan 2θ 40–50. Puncak luas sekitar 2θ 10–30 merupakan ciri khas karbon amorf yang mengandung lembaran karbon aromatik. Sedangkan pola difraksi pada 2θ 30 merupakan struktur kristalin dari karbon polisiklik aromatik (Farabi et al., 2019).

2. TGA

Analisis Gravimetri Termal (TGA) digunakan untuk mengevaluasi kehilangan massa gugus fungsi, menggunakan instrument TG-50 Mettler dalam aliran udara 200 ml/menit pada laju pemanasan 10°C/menit dari suhu kamar hingga 1000°C (Soltani et al., 2016).

Termogravimetri (TGA) dilakukan dengan menggunakan penganalisis termogravimetri Mettler Teledo. Pemanasan dilakukan dalam aliran udara normal dan dipertahankan pada 100 mL min^{-1} . Tingkat pemanasan adalah $10^\circ\text{C min}^{-1}$ (Teo et al., 2016).



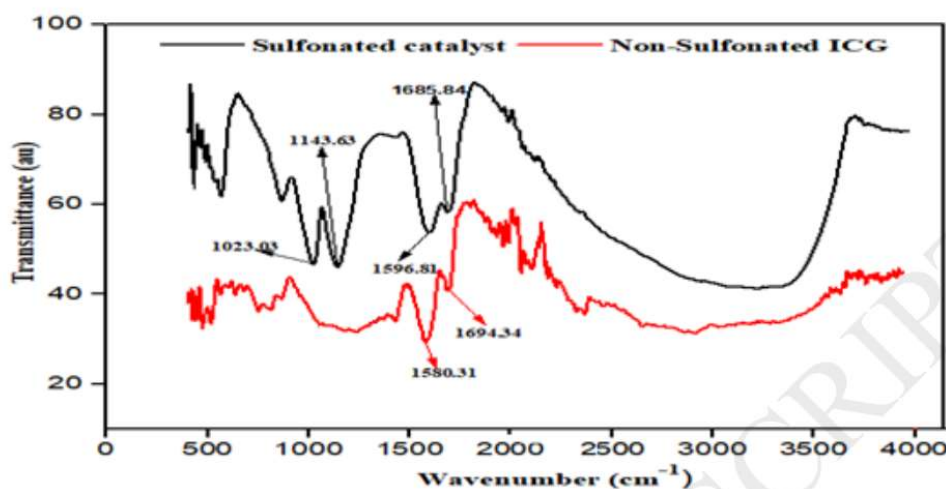
Gambar 4. Profil Termogravimetri

(a) p-MWCNT, (b) o-MWNCT, dan SO₃H-MWNCT (Teo et al., 2016)

SO₃H-MWNCT menunjukkan penurunan berat yang cepat pada awal analisis termal yang disebabkan oleh penghilangan pelarut organik, terutama C₂H₅OH yang tertinggal dalam sampel bahkan setelah pengeringan. Penurunan berat yang cepat juga diamati dari 90°C hingga 220°C, yang terkait dengan penghilangan jejak H₂O₂ dan sejumlah besar gugus karboksilat. Penambahan H₂O₂ tidak hanya mengoksidasi gugus –SH menjadi –SO₃H tetapi juga menghasilkan gugus karboksilat lebih lanjut pada permukaan SO₃H-MWNCT. Penurunan berat yang signifikan dari 250°C menjadi 900°C berkorelasi dengan dekomposisi senyawa organosilane yang terikat secara kimiawi pada sampel (Macawile et al., 2020).

3. FTIR

Analisis katalis ditentukan dengan menggunakan spektroskopi infra merah total refleksi-Fourier transform-infrared (ATR-FTIR). Spektrum serapan infra merah diperoleh menggunakan spectrometer FTIR (Spektrum PerkinElmer (PC) Spektrum 100 FTIR) dengan sumber laser He-Ne pada temperature N₂. Spectrum rata-rata direkam dari analisis rangkap tiga mulai dari 400 hingga 4000 cm⁻¹ (Teo et al., 2016).



Gambar 5. Spektra FTIR dari Karbon Glukosa (ICG) dan katalis sulfonasi (Kefas et al., 2019)

Pada panjang gelombang 1685 cm⁻¹ and 1596 cm⁻¹ dari katalis hasil sulfonasi menunjukkan peregangan C=O dari gugus -COOH dan peregangan C=C yang 19 menunjukkan adanya cincin aromatik dari struktur karbon poliaromatik. Demikian pula pada karbon glukosa (ICG), pita serapan 1694 cm⁻¹ and 1580 cm⁻¹ menunjukkan peregangan C=O dari gugus -COOH dan peregangan C=C dari struktur cincin aromatik. Namun, pada pita serapan 1143 cm⁻¹ and 1023 cm⁻¹ dari katalis hasil sulfonasi menunjukkan puncak kuat dari for O-S-O simetri dan asimetri. Hal ini

menandakan adanya keberadaan gugus sulfat ($-\text{SO}_3\text{H}$) pada karbon (Kefas et al., 2019)

H. Sifat-sifat Fisika Biodisel

1. Densitas

Densitas adalah rasio berat massa per satuan volume yang berhubungan dengan tenaga yang dihasilkan mesin disel per satuan volume bahan bakar dan nilai kalor. Reaksi tidak sempurna pada konversi minyak nabati akan terjadi apabila densitas biodiesel melebihi ketentuan (Putri et al., 2012).

Semakin tinggi suhu yang digunakan dalam produksi biodisel dapat menurunkan densitas dari biodisel. Tetapi suhu yang terlalu tinggi berpengaruh pada berkurangnya metanol karena terjadinya penguapan, menyebabkan reaksi esterifikasi yang merupakan reaksi kesetimbangan cenderung kembali ke reaktan yang mengakibatkan kerapatan kembali meningkat (Borah et al., 2019).

2. Viskositas

Viskositas adalah pengukuran hambatan aliran suatu cairan. Viskositas diukur untuk menyelidiki perilaku aliran suatu bahan baku dan sampel biodiesel pada suhu tertentu (Ishola et al., 2020).

3. Bilangan asam

Bilangan asam atau yang disebut juga bilangan netralisasi merupakan ukuran asam lemak bebas yang dikandung oleh sampel bahan bakar segar. Tingginya asam lemak bebas dapat menyebabkan nilai asam juga lebih tinggi, sehingga dapat

mengakibatkan korosi yang parah pada sistem suplai bahan bakar pada mesin. Standar nilai asam maksimum untuk biodiesel adalah 0,50 mg KOH/g.

Tabel 2. Struktur kimia asam lemak (Atabani et al., 2012).

Asam Lemak	Struktur	Nama Sisnematik	Struktur Kimia
Laurat	(12:0)	Dodecanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$
Miristat	(14:0)	Tetradecanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$
Palmitat	(16:0)	Hexadecanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
Stearat	(18:0)	Octadecanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
Oleat	(18:1)	cis-9-Octadecenoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Linoleat	(18:2)	cis-9-cis-12-Octadecenoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Linolenat	(18:3)	cis-9-cis-12	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Arakidonat	(20:0)	Eicosanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOH}$
Behenat	(22:0)	Docosanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{20}\text{COOH}$
Erucat	(22:1)	Cis-13-Docosenoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{11}\text{COOH}$
Lignoceric	(24:0)	Tertacosanoic	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{22}\text{COOH}$

4. Bilangan Penyabunan

Menurut (A. S. Adekunle et al., 2020) nilai saponifikasi di nyatakan berbanding terbalik dengan berat molekul rata-rata asam lemak dalam fraksi minyak. Semakin pendek rata-rata rantai (C4-C12), semakin tinggi jumlah saponifikasi.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Waktu penelitian dilakukan mulai bulan Januari sampai Juni 2021.

B. Variabel Penelitian

Variabel penelitian dibagi menjadi dua yaitu sintesis katalis kulit ubi kayu dan aplikasi katalis dalam produksi biodiesel dengan bahan baku PFAD. Variabel kontrol adalah suhu kalsinasi, waktu kalsinasi, sulfonasi karbon dengan asam sulfat (H_2SO_4), waktu sulfonasi dan suhu sulfonasi. Variabel terikat adalah sifat fisikokimia dari katalis yang akan dihasilkan.

Variabel bebas untuk produksi biodiesel adalah variasi massa katalis (2%, 3%, 4% dan 5%), variasi waktu sulfonasi (1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam), variasi suhu sulfonasi (55°C , 60°C , 65°C dan 67°C). Variabel kontrol adalah rasio methanol terhadap PFAD. Variabel terikat adalah sifat-sifat dari biodiesel yang dihasilkan.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan pada penelitian ini dibagi dua yaitu untuk preparasi sampel dan karakterisasi. Alat-alat untuk preparasi sampel adalah peralatan gelas, pemanasan,

magnetic stirrer, thermometer, statif, klem, erlenmeyer dan furnace. Peralatan untuk karakterisasi sifat fisikokimia adalah FTIR, XRD dan TGA.

2. Bahan

Penelitian ini menggunakan bahan-bahan yang dibutuhkan untuk sintesis katalis dan untuk produksi biodiesel. Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis katalis adalah kulit ubi kayu, asam sulfat (H_2SO_4) dan aquades. Pada produksi biodiesel bahan-bahan yang digunakan adalah PFAD, metanol dan katalis yang telah disintesis sebelumnya.

D. Prosedur Kerja

1. Preparasi Katalis Asam Padat

Kulit ubi kayu sebanyak 100 gram dipotong kecil-kecil, dicuci bersih dan dijemur selama satu minggu di bawah sinar matahari. Sampel yang sudah kering dioven pada suhu 105°C selama 24 jam (Lokman, 2019). Sampel selanjutnya dikalsinasi dalam furnace dengan waktu 1 jam pada suhu 450°C yang didapat dari penelitian sebelumnya (Iqbal, 2020). Sampel hasil kalsinasi didinginkan dalam desikator dan kemudian dihaluskan.

Sampel karbon yang dihasilkan masing-masing disulfonasi dengan asam sulfat pekat. Kedalam labu leher tiga dicampurkan sebanyak 5 gram sampel dan 100 ml H_2SO_4 p.a dan direfluk selama 4 jam dengan suhu 150°C (Taufik Yap, 2017). Hasil sulfonasi dinetralkan dengan aquades panas hingga mencapai pH netral atau pH aquades. Setelah mencapai pH yang sama, karbon hasil sulfonasi dimasukkan ke dalam oven untuk menghilangkan kandungan air yang tersisa pada suhu 105°C selama 24 jam.

Sampel hasil karbonisasi dan sulfonasi dianalisis dan dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan TGA.

2. Karakterisasi Katalis Asam Padat

a. FT-IR (Fourier Transform Infrared)

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan dalam fasa padat berbentuk bubuk halus yang kering. FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi dan jenis ikatan yang terdapat di dalam sampel. Material dikarakterisasi pada bilangan gelombang 4000-600 cm^{-1} (Yi-Tong Wang, 2018). Dimana karakterisasi ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi dan jenis ikatan yang terdapat dalam sampel. Sampel yang di di karakterisasi adalah kulit ubi kayu, karbon hasil kalsinasi, dan karbon yang sudah di sulfonasi.

b. XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan agar dapat menentukan struktur kristal yang akan digunakan sebagai katalis. Sebanyak 0,1 gram sampel yang telah digerus sampai halus digunakan untuk pengujian XRD. Karakterisasi dilakukan dengan rentang pindai theta (Θ) dari 2° - 60° dan panjang gelombang $\lambda=1,54 \text{ \AA}$ pada suhu kamar (Lokman, 2019).

c. TGA (Thermogravimetric Analysis)

Sampel yang akan dianalisis berbentuk serbuk halus dan dikarakterisasi pada suhu 25-1000°C pada tingkat pemanasan 30°C/menit. Karakterisasi menggunakan

XRD bertujuan untuk menentukan stabilitas termal dari karbon dan mengevaluasi kehilangan massa gugus fungsi (Ibrahim, 2019).

d. Penentuan Situs Asam

Asam ($-\text{SO}_3\text{H}$) yang terkandung di dalam katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi ditentukan menggunakan metode titrasi asam basa. Katalis sebanyak 1 gram dan 50 mL NaCl 1 M di dalam suspensi dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Campuran kemudian shaker selama 4 jam pada kecepatan 130 rpm. Setelah shaker selesai, campuran disaring. Filtrat kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1 M.

3. Aplikasi Katalis Karbon Kulit Ubi Kayu

Produksi biodiesel dari karbon tersulfonasi diuji menggunakan PFAD guna mengetahui katalitik karbon tersulfonasi yang diperoleh. Produksi biodiesel dilakukan melalui reaksi esterifikasi antara PFAD dan methanol dengan penambahan katalis asam padat pada reaksi (S. F. Ibrahim et al., 2020). PFAD digunakan karena mengandung asam lemak bebas yang tinggi, yang terdiri dari 85% asam lemak bebas (FFA) 3% trigliserida, 0,3% monogliserida dan kandungan kecil lainnya dari sterol, vitamin E, squalene dan sebagian jejak kotoran (Akinfalabi et al., 2017).

Reaksi dilakukan pada labu leher tiga ukuran 250 mL dengan thermometer 360°C , kondensor, magnetic stirrer dan water bath. Pada proses esterifikasi, dilakukan dengan variasi massa katalis (2%, 3%, 4% dan 5%), variasi waktu (1jam, 2 jam, 3 jam dan 4 jam) dan variasi suhu (55°C , 60°C , 65°C dan 67°C), serta PFAD sebanyak 25 gram.

Kedalam labu leher tiga dimasukkan katalis sebanyak 3% dan 15:1 metanol terhadap minyak lalu diaduk menggunakan kecepatan 100 rpm selama 10 menit. Secara perlahan-lahan masukkan PFAD sebanyak 25 gram. Campuran kemudian direfluk kembali selama 2 jam pada suhu 70°C dengan kecepatan 300 rpm. Setelah reaksi selesai dilakukan proses sentrifuga pada 10000 rpm selama 10 menit.

4. Uji Sifat Biodiesel

a. *Bilangan Asam*

Kandungan asam lemak bebas dalam biodiesel dapat ditentukan dari data bilangan asam yang diperoleh. Nilai asam dinyatakan sebagai KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan 1 gram FAME. Dimana Kadar asam yang lebih tinggi dapat menyebabkan korosi parah dalam mesin (Atabani et al., 2012).

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM KOH}}{\text{Berat Sampel}}$$

(Sangar et al., 2019).

b. *Bilangan Penyabunan*

Bilangan penyabunan digunakan untuk menentukan berat molekul minyak dan lemak secara kuantitatif.

$$SV = \frac{[(\text{Volume HCl untuk blanko} - \text{Volume HCl untuk sampel}) \times \text{N KOH} \times \text{BM KOH}]}{\text{Berat sampel}}$$

c. *Massa Atom Relatif*

Massa atom relatif digunakan untuk mengetahui massa molekul bahan baku yang dikonversi dalam pembuatan biodiesel.

$$Mr = \frac{56.1 \times 1000}{SV}$$

d. Densitas

Densitas adalah angka yang menyatakan massa per satuan volume dari bahan bakar minyak pada temperature tertentu dan biasanya dinyatakan dalam satuan g/mL (Atabani et al., 2012).

$$\rho = \frac{W_2 - W_1(g)}{V(mL)}$$

W_1 = Berat picnometer kosong

W_2 = Berat picnometer + sampel

V = Volume picnometer = 10 mL

e. Laju Alir

$$\text{Laju alir} = \frac{\text{Volume (mL)}}{\text{Waktu (s)}}$$

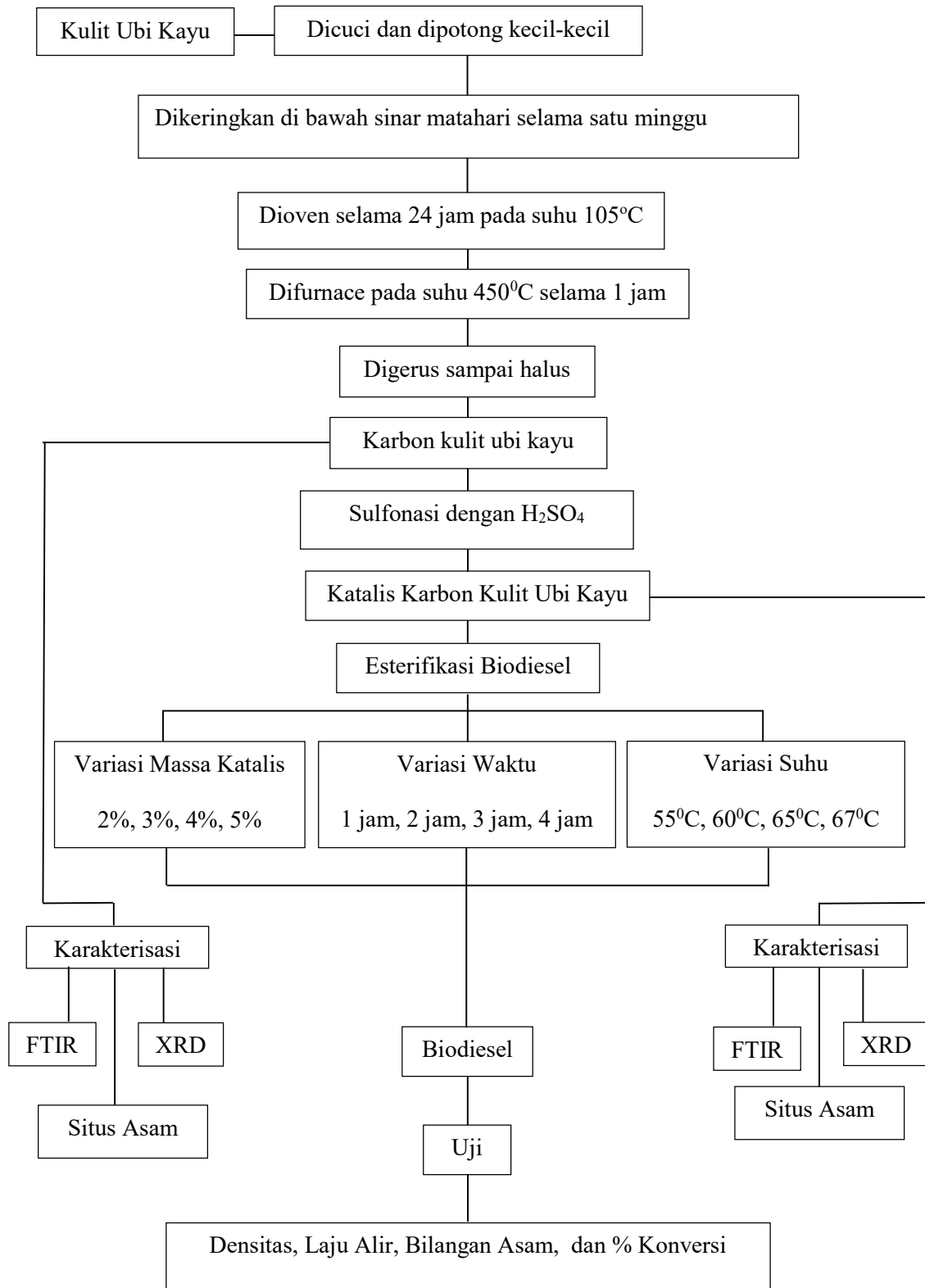
f. Persentase Konversi

Persentase konversi asam lemak yang dihasilkan dalam produksi biodiesel ditentukan berdasarkan perbedaan antara nilai FFA dari bahan baku dan produk seperti yang disajikan dalam Persamaan berikut.

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA minyak sumber} - \% \text{ FFA biodiesel}}{\text{FFA minyak sumber}} \times 100\%$$

(Sangar et al., 2019)

5. Desain Penelitian



BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1. Hasil FTIR menunjukkan gugus sulfat terdeteksi pada pita serapan di bilangan gelombang 1163 cm^{-1} dan 1031 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi O-S-O. Pola difraktogram XRD menunjukkan struktur amorf pada katalis. Penentuan situs asam diketahui nilai asam pada katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi sebesar 1.21 mmol.g^{-1} .
2. Berdasarkan hasil pengujian sifat fisika biodiesel, diperoleh massa optimum biodiesel menggunakan katalis karbon kulit ubi kayu tersulfonasi 3%, waktu optimum 2 jam dan suhu optimum 65°C . Persen konversi dari hasil optimum dari massa katalis, waktu dan suhu esterifikasi mampu mengkonversi PFAD menjadi biodiesel sebesar 59.93%. Densitas, laju alir, dan bilangan asam telah mengalami penurunan dibandingkan dengan PFAD.

B. Saran

Diharapkan penelitian ini dapat dilanjutkan dengan memvariasikan mol metanol : PFAD dalam reaksi esterifikasi pembuatan biodiesel.

REFERENSI

- Abbah, E. C., Nwandikom, G. I., Egwuonwu, C. C., & Nwakuba, N. R. (2016). Effect of Reaction Temperature on the Yield of Biodiesel From Neem Seed Oil. *American Journal of Energy Science*, 3(3), 16–20.
- Adekunle, A., Orsat, V., & Raghavan, V. (2016). Lignocellulosic bioethanol: A review and design conceptualization study of production from cassava peels. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 64, 518–530. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.06.064>
- Adekunle, A. S., Oyekunle, J. A. O., Oduwale, A. I., Owotomo, Y., Obisesan, O. R., Elugoke, S. E., Durodola, S. S., Akintunde, S. B., & Oluwafemi, O. S. (2020). Biodiesel potential of used vegetable oils transesterified with biological catalysts. *Energy Reports*, 6, 2861–2871. <https://doi.org/10.1016/j.egyr.2020.10.019>
- Akinfalabi, S. I., Rashid, U., Yunus, R., & Taufiq-Yap, Y. H. (2017). Synthesis of biodiesel from palm fatty acid distillate using sulfonated palm seed cake catalyst. *Renewable Energy*, 111, 611–619. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.04.056>
- Aruwajoye, G. S., Faloye, F. D., & Kana, E. G. (2017). Soaking assisted thermal pretreatment of cassava peels wastes for fermentable sugar production: Process modelling and optimization. *Energy Conversion and Management*, 150(July), 558–566. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.08.046>
- Atabani, A. E., Silitonga, A. S., Badruddin, I. A., Mahlia, T. M. I., Masjuki, H. H., & Mekhilef, S. (2012). A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(4), 2070–2093. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.01.003>
- Bastos, R. R. C., da Luz Corrêa, A. P., da Luz, P. T. S., da Rocha Filho, G. N., Zamian, J. R., & da Conceição, L. R. V. (2020). Optimization of biodiesel production using sulfonated carbon-based catalyst from an amazon agro-industrial waste. *Energy Conversion and Management*, 205(December 2019), 112457. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.112457>
- Borah, M. J., Das, A., Das, V., Bhuyan, N., & Deka, D. (2019). Transesterification of waste cooking oil for biodiesel production catalyzed by Zn substituted waste egg shell derived CaO nanocatalyst. *Fuel*, 242(May 2018), 345–354. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.01.060>
- Borah, M. J., Devi, A., Saikia, R. A., & Deka, D. (2018). Biodiesel production from waste cooking oil catalyzed by in-situ decorated TiO₂ on reduced graphene oxide nanocomposite. *Energy*, 158, 881–889. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2018.06.079>

- Farabi, M. S. A., Ibrahim, M. L., Rashid, U., & Taufiq-Yap, Y. H. (2019). Esterification of palm fatty acid distillate using sulfonated carbon-based catalyst derived from palm kernel shell and bamboo. *Energy Conversion and Management*, 181(December 2018), 562–570. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.12.033>
- Farianty, D., Putra, A., Dj, L., & Nizar, U. K. (2019). *Biodiesel Production from Palm and Waste Cooking Oils Catalyzed by Silica-Titania Catalyst with Time Variation*. 4(7), 4–8.
- Fonseca, J. M., Spessato, L., Cazetta, A. L., Bedin, K. C., Melo, S. A. R., Souza, F. L., & Almeida, V. C. (2020). Optimization of sulfonation process for the development of carbon-based catalyst from crambe meal via response surface methodology. *Energy Conversion and Management*, 217(March), 112975. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2020.112975>
- Garg, B., Bisht, T., & Ling, Y. C. (2014). Graphene-based nanomaterials as heterogeneous acid catalysts: A comprehensive perspective. *Molecules*, 19(9), 14582–14614. <https://doi.org/10.3390/molecules190914582>
- Hampton, C., & Demoin, D. (2010). Tutorial: Sulfur and phosphorus. *Vibrational Spectroscopy*.
- Ibrahim, N. A., Rashid, U., Taufiq-Yap, Y. H., Yaw, T. C. S., & Ismail, I. (2019). Synthesis of carbonaceous solid acid magnetic catalyst from empty fruit bunch for esterification of palm fatty acid distillate (PFAD). *Energy Conversion and Management*, 195(February), 480–491. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.05.022>
- Ibrahim, S. F., Asikin-Mijan, N., Ibrahim, M. L., Abdulkareem-Alsultan, G., Izham, S. M., & Taufiq-Yap, Y. H. (2020). Sulfonated functionalization of carbon derived corncob residue via hydrothermal synthesis route for esterification of palm fatty acid distillate. *Energy Conversion and Management*, 210(December 2019). <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2020.112698>
- Ishola, F., Adelekan, D., Mamudu, A., Abodunrin, T., Aworinde, A., Olatunji, O., & Akinlabi, S. (2020). Biodiesel production from palm olein: A sustainable bioresource for Nigeria. *Heliyon*, 6(4), e03725. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03725>
- Julius, M. mungai. (2015). *Optimizing Conditions for Preparing Activated Carbon From. November*.
- Kefas, H. M., Yunus, R., Rashid, U., & Taufiq-Yap, Y. H. (2018). Modified sulfonation method for converting carbonized glucose into solid acid catalyst for the esterification of palm fatty acid distillate. *Fuel*, 229(November 2017), 68–78. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.05.014>

- Kefas, H. M., Yunus, R., Rashid, U., & Taufiq-Yap, Y. H. (2019). Enhanced biodiesel synthesis from palm fatty acid distillate and modified sulfonated glucose catalyst via an oscillation flow reactor system. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(2), 102993. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.102993>
- Lani, N. S., Ngadi, N., & Taib, M. R. (2017). Parametric study on the transesterification reaction by using cao/silica catalyst. *Chemical Engineering Transactions*, 56, 601–606. <https://doi.org/10.3303/CET1756101>
- Lokman, I. M., Rashid, U., & Taufiq-Yap, Y. H. (2015). Production of biodiesel from palm fatty acid distillate using sulfonated-glucose solid acid catalyst: Characterization and optimization. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 23(11), 1857–1864. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2015.07.028>
- Lokman, I. M., Rashid, U., Taufiq-Yap, Y. H., & Yunus, R. (2015). Methyl ester production from palm fatty acid distillate using sulfonated glucose-derived acid catalyst. *Renewable Energy*, 81, 347–354. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2015.03.045>
- Lokman, I. M., Rashid, U., Yunus, R., & Taufiq-Yap, Y. H. (2014). Carbohydrate-derived solid acid catalysts for biodiesel production from low-cost feedstocks: A review. *Catalysis Reviews - Science and Engineering*, 56(2), 187–219. <https://doi.org/10.1080/01614940.2014.891842>
- Macawile, M. C., Quitain, A. T., Kida, T., Tan, R., & Auresenia, J. (2020). Green synthesis of sulfonated organosilane functionalized multiwalled carbon nanotubes and its catalytic activity for one-pot conversion of high free fatty acid seed oil to biodiesel. *Journal of Cleaner Production*, 275, 123146. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123146>
- Mansir, N., Hwa, S., Rabi, I., & Hin, Y. (2018). *Effective biodiesel synthesis from waste cooking oil and biomass residue solid green catalyst*. 347(December 2017), 137–144. <https://doi.org/10.1016/j.ccej.2018.04.034>
- Mansir, N., Taufiq-Yap, Y. H., Rashid, U., & Lokman, I. M. (2017). Investigation of heterogeneous solid acid catalyst performance on low grade feedstocks for biodiesel production: A review. *Energy Conversion and Management*, 141, 171–182. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.07.037>
- Nata, I. F., Putra, M. D., Irawan, C., & Lee, C. K. (2017). Catalytic performance of sulfonated carbon-based solid acid catalyst on esterification of waste cooking oil for biodiesel production. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5(3), 2171–2175. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2017.04.029>
- Nizar, U. K., Efendi, J., Yuliati, L., Gustiono, D., & Nur, H. (2013). A new way to control the coordination of titanium (IV) in the sol-gel synthesis of broom fibers-like mesoporous alkyl silica-titania catalyst through addition of water. *Chemical*

Engineering Journal, 222, 23–31. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.02.053>

- Nur, O., Rashid, U., & Sufri, M. (2019). *Esterification of palm fatty acid distillate (PFAD) to biodiesel using Bi-functional catalyst synthesized from waste angel wing shell (Cyrtopleura costata)*. 131. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.07.031>
- Putri, E. M. M., Rachimoellah, M., Santoso, N., & Pradana, F. (2012). Biodiesel production from kapok seed oil (*Ceiba pentandra*) through the transesterification process by using cao as catalyst. *Global Journal of Researches in Engineering Chemical Engineering*, 12(2), 6–11.
- Raffeza, T., Putra, A., Latisma, D., Oktavia, B., Kurniawati, D., Etika, S. B., Sundari, R., & Nizar, U. K. (2019). The Role of Temperature on Biodiesel Production from Palm and Waste Cooking Oils Catalyzed by Silica-Titania Catalyst. *International Journal of Progressives Sciences and Technologies*, 15(2), 152–156. <http://ijpsat.ijsh-t-journals.org/index.php/ijpsat/article/view/1137/558>
- Salvi, B. L., & Panwar, N. L. (2012). Biodiesel resources and production technologies - A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(6), 3680–3689. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.03.050>
- Sangar, S. K., Lan, C. S., Razali, S. M., Farabi, M. S. A., & Taufiq-Yap, Y. H. (2019). Methyl ester production from palm fatty acid distillate (PFAD) using sulfonated cow dung-derived carbon-based solid acid catalyst. *Energy Conversion and Management*, 196(June), 1306–1315. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.06.073>
- Sarno, M., & Iuliano, M. (2019). Biodiesel production from waste cooking oil. *Green Processing and Synthesis*, 8(1), 828–836. <https://doi.org/10.1515/gps-2019-0053>
- Singh, D., Sharma, D., Soni, S. L., Inda, C. S., Sharma, S., Sharma, P. K., & Jhalani, A. (2021). A comprehensive review of physicochemical properties, production process, performance and emissions characteristics of 2nd generation biodiesel feedstock: *Jatropha curcas*. *Fuel*, 285(April 2020), 119110. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119110>
- Singh, D., Sharma, D., Soni, S. L., Sharma, S., & Kumari, D. (2019). Chemical compositions, properties, and standards for different generation biodiesels: A review. *Fuel*, 253(April), 60–71. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.04.174>
- Soltani, S., Rashid, U., Yunus, R., & Taufiq-Yap, Y. H. (2016). Biodiesel production in the presence of sulfonated mesoporous ZnAl₂O₄ catalyst via esterification of palm fatty acid distillate (PFAD). *Fuel*, 178, 253–262. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.03.059>
- Sundaryono, A. (2010). *Karakteristik Biodiesel Dan Blending Biodiesel Dari Oil*

Losses Limbah Cair Pabrik Minyak Kelapa Sawit Characteristic of Biodiesel and Biodiesel Blending of Oil Losses From Liquid Waste of Oil Palm Factory. 2041.

- Talha, N. S., & Sulaiman, S. (2016). Overview of catalysts in biodiesel production. *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(1), 439–442.
- Teo, S. H., Islam, A., & Taufiq-Yap, Y. H. (2016). Algae derived biodiesel using nanocatalytic transesterification process. *Chemical Engineering Research and Design*, 111, 362–370. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2016.04.012>
- Vu, T. H. T., Nguyen, M. H., & Nguyen, M. D. (2019). Synthesis of acidic heterogeneous catalysts with high stability based on graphene oxide/activated carbon composites for the esterification of lactic acid. *Journal of Chemistry*, 2019. <https://doi.org/10.1155/2019/7815697>
- Wang, M., Wu, W., Wang, S., Shi, X., Wu, F., & Wang, J. (2015). Preparation and Characterization of a Solid Acid Catalyst from Macro Fungi Residue for Methyl Palmitate Production. *BioResources*, 10(3), 5691–5708. <https://doi.org/10.15376/biores.10.3.5691-5708>
- Wang, S., He, H., Yu, J., Chen, S., Li, X., Bo, F., Guo, Q., Xu, Z., & Jin, M. (2020). Cellulase-added cassava ethanol process boosts ethanol titer and reduces glycerol production. *Industrial Crops and Products*, 148(November 2019), 112304. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112304>
- Wong, W., Lim, S., Pang, Y., & Shuit, S. (2020). Science of the Total Environment Synthesis of renewable heterogeneous acid catalyst from oil palm empty fruit bunch for glycerol-free biodiesel production. *Science of the Total Environment*, 727, 138534. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.138534>
- Zein, Y. M., Anal, A. K., Prasetyoko, D., & Qoniah, I. (2016). Biodiesel production from waste palm oil catalyzed by hierarchical ZSM-5 supported calcium oxide. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(1), 98–104. <https://doi.org/10.22146/ijc.21184>