

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON
BATANG JAGUNG (*Zea mays*) TERSULFONASI
UNTUK PRODUKSI BIODIESEL DARI
*PALM FATTY ACID DISTILLATE***



**RISYA YELFIKA
NIM/TM. 18036041/2018**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON
BATANG JAGUNG (*Zea mays*) TERSULFONASI
UNTUK PRODUKSI BODIESEL DARI
*PALM FATTY ACID DISTILLATE***

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar
Sarjana Sains*



**Oleh:
RISYA YELFIKA
NIM/TM. 18036041/2018**

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

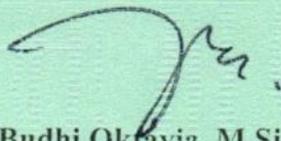
PERSETUJUAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON BATANG JAGUNG (*Zea mays*) TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI BIODIESEL DARI *PALM FATTY ACID DISTILLATE*

Nama : Risyah Yelfika
NIM : 18036041
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

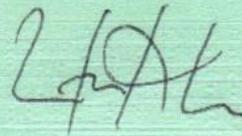
Padang, Juni 2022

Mengetahui:
Kepala Departemen



Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing



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

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

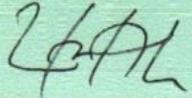
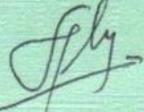
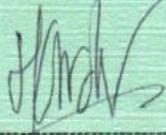
Nama : Risyia Yelfika
NIM : 18036041
Program Studi : Kimia (NK)
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON BATANG JAGUNG (*Zea Mays*) TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI BIODIESEL DARI *PALM FATTY ACID DISTILLATE*

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

Padang, Juni 2022

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
Ketua	: Umar Kalmar Nizar, S.Si., M.Si., Ph.D	
Anggota	: Dra. Sri Benti Etika, M.Si	
Anggota	: Dr. Hardeli, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

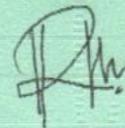
Nama : Risya Yelfika
NIM : 18036041
Tempat/Tanggal lahir : Tarok/ 09 Agustus 1999
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS
KARBON BATANG JAGUNG (*Zea mays*)
TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI
BIODIESEL DARI *PALM FATTY ACID*
*DISTILLATE***

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, Juni 2022
Yang menyatakan



Risya Yelfika
NIM : 18036041

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON BATANG
JAGUNG (*Zea mays*) TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI
BIODIESEL DARI *PALM FATTY ACID DISTILLATE***

Risya Yelfika

ABSTRAK

Katalis merupakan salah satu faktor penting dalam produksi biodiesel karena reaksi pembentukan biodiesel berjalan lambat. Katalis dapat disintesis dengan memanfaatkan limbah organik seperti batang jagung. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sifat fisikokimia dan aktivitas katalitik katalis karbon batang jagung tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari PFAD. Katalis ini disintesis melalui proses kalsinasi dan sulfonasi kemudian dilanjutkan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan uji situs asam. Katalis selanjutnya diaplikasikan dalam pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi antara PFAD dan metanol. Biodiesel yang dihasilkan diuji sifat fisikokimianya berupa uji densitas, laju alir, bilangan asam, dan persen konversi. Berdasarkan analisis FTIR terdapat pita serapan gugus O-S-O setelah disulfonasi yang membuktikan bahwa gugus sulfonat berhasil disubstitusikan ke permukaan karbon batang jagung. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa katalis ini berstruktur amorf. Hasil penelitian menunjukkan bahwa jumlah situs asam katalis menurun seiring dengan naiknya suhu kalsinasi. Berdasarkan hasil uji sifat fisikokimia biodiesel, katalis ini mampu menurunkan densitas, viskositas, dan bilangan asam dari PFAD. Hal ini menunjukkan bahwa FFA dari PFAD terkonversi menjadi FAME (biodiesel).

Kata Kunci: Sintesis, Katalis Karbon Tersulfonasi, Batang Jagung, Biodiesel, PFAD

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SULFONATED CORN
(Zea mays) STALKS CARBON CATALYST FOR BIODIESEL
PRODUCTION FROM PALM FATTY ACID DISTILLATE**

Risya Yelfika

ABSTRACT

Catalyst is an important factor in biodiesel production because the reaction for biodiesel formation is slow. Catalysts can be synthesized by utilizing organic wastes such as corn stalks. This study aimed to study the physicochemical properties and catalytic activity of sulfonated corn stalk carbon catalyst for biodiesel production from PFAD. This catalyst was synthesized through calcination and sulfonation processes and then continued with characterization using FTIR, XRD, and acid site tests. The catalyst is then applied in the manufacture of biodiesel through an esterification reaction between PFAD and methanol. The biodiesel produced was tested for its physicochemical properties in the form of density test, flow rate, acid number, and percent conversion. Based on the FTIR analysis, there is an absorption band of the O-S-O group after sulfonation which proves that the sulfonate group has been successfully substituted onto the carbon surface of the corn stalks. Characterization by XRD showed that this catalyst had an amorphous structure. The results showed that the number of catalytic acid sites decreased with increasing calcination temperature. Based on the test results of the physicochemical properties of biodiesel, this catalyst was able to reduce the density, viscosity, and acid number of PFAD. This shows that FFA from PFAD is converted to FAME (biodiesel).

Keywords: Synthesis, Sulfonated Carbon Catalyst, Corn Stalks, Biodiesel, PFAD

KATA PENGANTAR

Penulis mengucapkan puji syukur kepada Allah SWT. yang telah memberikan kekuatan, rahmat, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Katalis Karbon Batang Jagung (*Zea Mays*) Tersulfonasi untuk Produksi Biodiesel dari *Palm Fatty Acid Distillate*”. Shalawat dan salam untuk nabi tauladan kita, yakni nabi Muhammad SAW. yang memberi tauladan dalam setiap aktivitas kita.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih yang tulus kepada:

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku Penasehat Akademik dan Pembimbing Tugas Akhir yang memberikan bimbingan serta arahan selama proses pengerjaan hingga selesainya tugas akhir ini.
2. Bapak Dr. Hardeli, M.Si dan Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si selaku Tim Pembahas yang telah bersedia menjadi pembahas pada Ujian Skripsi.
3. Kedua Orang Tua dan Saudara/i tercinta yang telah memberi dukungan serta semangat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Sahabat dan teman terdekat yang telah memberikan masukan serta semangat kepada penulis hingga selesainya skripsi ini.
5. Teman-teman kimia tahun 2018 yang telah memberikan masukan dan saran serta semangat sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

6. Semua pihak yang terkait yang turut berkontribusi dalam pembuatan skripsi ini.

Untuk kesempurnaan skripsi ini, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari berbagai pihak. Atas masukan dan saran yang telah diberikan penulis mengucapkan terimakasih.

Padang, Juni 2022

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ixx
BAB I 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	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
A. Biodiesel dari <i>Palm Fatty Acid Destillate</i> (PFAD).....	6
B. Katalis Karbon Tersulfonasi	8
C. Karbon Batang Jagung	12
D. Karakterisasi Katalis Karbon Tersulfonasi	13
E. Analisis Sifat-Sifat Biodiesel	16
BAB III METODE PENELITIAN.....	18
A. Waktu dan Tempat Penelitian	18
B. Objek Penelitian.....	18
C. Variabel Penelitian.....	18

D. Alat dan Bahan.....	19
E. Prosedur Kerja.....	19
F. Analisis Data	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
A. Karbon Batang Jagung Tersulfonasi	25
B. Spektra FTIR Karbon dan Katalis Batang Jagung	26
C. Situs Asam Karbon Batang Jagung Sebelum dan Sesudah Sulfonasi.....	29
D. Pola Difraktogram XRD Karbon dan Katalis Batang Jagung.....	31
E. Uji Sifat Biodiesel.....	32
F. <i>Recycle</i> Katalis	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	43
A. Kesimpulan	43
B. Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN.....	49

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Penelitian Produksi Biodiesel dari PFAD	7
Tabel 2. Penelitian Katalis Karbon Tersulfonasi	10
Tabel 3. Penelitian Karbon dari Batang Jagung.....	12
Tabel 4. SNI Biodiesel	16
Tabel 5. Kode Sampel yang Disintesis	20
Tabel 6. Situs Asam Karbon Batang Jagung.....	59
Tabel 7. Data Uji Densitas PFAD dan Biodiesel	60
Tabel 8. Data Uji Laju Alir Biodiesel	61
Tabel 9. Data Bilangan Asam Biodiesel	62
Tabel 10. Data Bahan Baku Pembuatan Biodiesel.....	63
Tabel 11. Data Situs Asam Katalis (<i>recycle</i>)	64
Tabel 12. Data Uji Densitas Biodiesel (<i>recycle</i>).....	65
Tabel 13. Data Uji Laju Alir Biodiesel (<i>recycle</i>).....	66
Tabel 14. Data Bilangan Asam Biodiesel (<i>recycle</i>).....	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Reaksi Esterifikasi.....	6
Gambar 2. Persamaan Reaksi Transesterifikasi	6
Gambar 3. Klasifikasi Katalis	8
Gambar 4. Spekrtum IR karbon <i>hydrothermal corncob</i>	13
Gambar 5. Pola XRD karbon <i>hydrothermal corncob</i>	15
Gambar 6. Hasil Kalsinasi Batang Jagung	25
Gambar 7. Reaksi Proses Karbonisasi dan Sulfonasi.....	26
Gambar 8. Spektra FTIR Batang Jagung dan Karbon Batang Jagung	27
Gambar 9. Spektra FTIR Katalis Karbon Batang Jagung Tersulfonasi	29
Gambar 10. Uji Situs Asam Karbon Batang Jagung.....	30
Gambar 11. Pola Difraktogram XRD KBJ-250 dan KSBJ-250.....	31
Gambar 12. Densitas PFAD dan Biodiesel	33
Gambar 13. Laju Alir PFAD dan Biodiesel	34
Gambar 14. Bilangan Asam PFAD dan Biodiesel	35
Gambar 15. Persen Konversi Biodiesel	36
Gambar 16. Situs Asam Katalis Karbon Batang Jagung Tersulfonasi.....	37
Gambar 17. Densitas PFAD dan Biodiesel (Katalis <i>Recycle</i>).....	38
Gambar 18. Laju Alir PFAD dan Biodiesel (Katalis <i>Recycle</i>).....	39
Gambar 19. Bilangan Asam PFAD dan Biodiesel (Katalis <i>Recycle</i>).....	40
Gambar 20. Persen Konversi Biodiesel KSBJ dan Biodiesel (R) KSBJ.....	41

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	49
Lampiran 2. Perhitungan Bilangan Penyabunan dan Mr PFAD	57
Lampiran 3. Data dan Perhitungan Situs Asam Karbon Batang Jagung.....	57
Lampiran 4. Perhitungan Bahan Baku Pembuatan Biodiesel	59
Lampiran 5. Data dan Perhitungan Uji Densitas Biodiesel.....	60
Lampiran 6. Data dan Perhitungan Uji Laju Alir Biodiesel.....	61
Lampiran 7. Data dan Perhitungan Uji Bilangan Asam Biodiesel.....	62
Lampiran 8. Perhitungan Persen Konversi Biodiesel	63
Lampiran 9. Data Bahan Baku Pembuatan Biodiesel (<i>Recycle</i> Katalis).....	63
Lampiran 10. Data dan Perhitungan Situs Asam Katalis (<i>Recycle</i>).....	64
Lampiran 11. Data dan Perhitungan Uji Densitas Biodiesel (<i>Recycle</i>)	65
Lampiran 12. Data dan Perhitungan Uji Laju Alir Biodiesel (<i>Recycle</i>)	66
Lampiran 13. Data dan Perhitungan Uji Bilangan Asam Biodiesel (<i>Recycle</i>)	66
Lampiran 14. Perhitungan Persen Konversi Biodiesel (<i>Recycle</i>)	68
Lampiran 15. FTIR dan XRD Katalis Karbon Batang Jagung Tersulfonasi	68
Lampiran 16. Dokumentasi Kegiatan	73

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Penggunaan bahan bakar fosil saat ini sangat meningkat. Hal ini menimbulkan beberapa permasalahan seperti harga minyak yang naik tiba-tiba dan pencemaran lingkungan. Banyak waktu, biaya, dan energi yang tersita untuk mengatasinya (Bohlouli & Mahdavian, 2019). Bahan bakar fosil merupakan bahan bakar yang tidak terbarukan sehingga dapat habis seiring berjalannya waktu. Upaya yang dilakukan untuk mengatasi masalah tersebut adalah dengan mencari sumber energi alternatif yang terbarukan dengan metode berkelanjutan dan ramah lingkungan (Sahar et al., 2018). Salah satu sumber energi terbarukan yang potensial dikembangkan di Indonesia adalah biodiesel. Hal ini dikarenakan bahan bakar yang digunakan banyak tersedia di Indonesia.

Biodiesel merupakan bahan bakar yang diperoleh dari reaksi esterifikasi atau reaksi transesterifikasi (García-Martín et al., 2018). Reaksi esterifikasi dan transesterifikasi adalah reaksi kesetimbangan yang lambat sehingga membutuhkan katalis untuk mempercepat reaksi (Syazwani et al., 2019). Katalis yang digunakan untuk produksi biodiesel tergantung dari bahan baku yang digunakan. Bahan baku katalis yang digunakan dapat diperoleh dengan memanfaatkan limbah organik dari alam. Salah satu katalis yang berpotensi disintesis dari limbah organik bahan alam adalah katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi.

Katalis karbon tersulfonasi adalah katalis yang disintesis melalui proses kalsinasi dan sulfonasi. Katalis ini dianggap sebagai katalis yang ideal untuk banyak reaksi karena stabilitas termal dan sifat mekanisnya (Mardhiah et al.,

2017). Katalis ini dapat diperoleh dari karbonisasi limbah organik yang mengandung selulosa, pati, hemiselulosa, dan lignin (Lokman et al., 2015) seperti cangkang kelapa sawit, tongkol jagung, sekam padi, bambu, dan lain-lain.

Batang jagung adalah salah satu limbah organik dari hasil pertanian yang banyak dihasilkan di Indonesia. Limbah ini mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Kandungan ini dimanfaatkan sebagai bahan kimia dan produk yang bernilai tinggi (Li et al., 2020) seperti karbon dari batang jagung.

Shiyun Zhu dkk (2021) melaporkan penggunaan lignin batang jagung sebagai karbon berpori tersulfonasi (adsorben) untuk penghilangan pewarna kationik. Metode yang digunakan adalah karbonisasi parsial dan *etching* dengan H₂SO₄ pekat. Zhao dkk (2020) melaporkan penggunaan batang jagung sebagai adsorben untuk menghilangkan Cr (VI) *aquoes solutions* menggunakan metode aktivasi dengan KOH. Kang dkk (2018) melaporkan penggunaan batang jagung sebagai karbon aktif untuk adsorpsi *malachite green* menggunakan metode aktivasi dengan asam fosfat. Namun, belum ada penelitian yang mengkaji pemanfaatan katalis karbon batang jagung tersulfonasi secara spesifik untuk produksi biodiesel dari *Palm Fatty Acid Distillate* (PFAD).

Distilat asam lemak sawit atau disebut juga PFAD merupakan produk sampingan hasil dari pengolahan CPO yang tidak dapat dikonsumsi. PFAD memiliki harga yang relatif murah dan banyak tersedia diberbagai industri kelapa sawit dan memiliki potensi sebagai bahan baku dalam produksi biodiesel. Komposisi kimiawi PFAD adalah sekitar 85% berat asam lemak bebas (FFA), 10% trigliserida dan sejumlah kecil sterol, vitamin E dan skualena (Akinfalabi et

al., 2020). Berdasarkan komposisi tersebut, PFAD berpotensi dijadikan sebagai bahan baku produksi biodiesel melalui reaksi esterifikasi.

Akinfalabi dkk (2017) melaporkan esterifikasi PFAD dengan menggunakan katalis karbon bungkil biji sawit tersulfonasi pada suhu 60°C selama 2 jam dengan persen konversi 98,2% FFA dan 97,8% FAME. Farabi dkk (2019) melaporkan esterifikasi PFAD menggunakan katalis karbon cangkang sawit tersulfonasi dihasilkan 97% konversi FFA dan 95% FAME pada suhu 65°C dengan waktu reaksi 1 jam. Ibrahim dkk (2020) melaporkan esterifikasi PFAD menggunakan karbon tongkol jagung tersulfonasi diperoleh konversi 92% FFA dan 85% biodiesel dengan suhu reaksi 70°C selama 2 jam. Penggunaan katalis karbon tersulfonasi dari batang jagung untuk esterifikasi PFAD belum ditemukan.

Berdasarkan penjelasan diatas maka dilakukan sintesis katalis karbon dari batang jagung tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari PFAD. Sulfonasi dilakukan menggunakan H₂SO₄ p.a dan katalis dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, dan penentuan situs asam serta diaplikasikan dalam produksi biodiesel dari PFAD. Biodiesel yang diperoleh dilakukan uji sifat fisikokimianya yaitu uji densitas, viskositas, bilangan asam, dan persen konversi.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Penggunaan bahan bakar fosil yang 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. *Palm Fatty Acid Distillate* (PFAD) memiliki potensi untuk digunakan sebagai bahan baku dalam produksi biodiesel dengan bantuan katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi.
4. Batang jagung mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin yang berpotensi digunakan sebagai sumber karbon dalam katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Katalis karbon batang jagung tersulfonasi disintesis berdasarkan penelitian sebelumnya dengan variasi suhu kalsinasi (250°C, 300°C, 350°C, 400°C, dan 450°C) dilanjutkan proses sulfonasi dengan mencampurkan karbon dan H₂SO₄ pada suhu 160°C selama 4 jam.
2. Karakterisasi karbon dan katalis karbon batang jagung tersulfonasi dilakukan dengan menggunakan FTIR, XRD, dan penentuan situs asam.
3. Aplikasi katalis karbon batang jagung tersulfonasi melalui reaksi esterifikasi untuk produksi biodiesel dari PFAD dan metanol.
4. Pengujian sifat-sifat biodiesel dibatasi pada uji densitas, viskositas, bilangan asam, dan persen konversi.

D. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana sifat fisikokimia dari katalis karbon batang jagung yang telah disintesis dengan metode kalsinasi dan sulfonasi menggunakan H_2SO_4 ?
2. Bagaimana aktivitas katalitik karbon batang jagung tersulfonasi dalam mengkonversi PFAD menjadi biodiesel?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari sifat fisikokimia dari katalis karbon batang jagung yang telah disintesis dengan metode kalsinasi dan sulfonasi menggunakan H_2SO_4 .
2. Mempelajari aktivitas katalitik karbon batang jagung tersulfonasi dalam mengkonversi PFAD menjadi biodiesel.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi mengenai sifat fisikokimia dari katalis karbon batang jagung yang telah disintesis dengan metode kalsinasi dan sulfonasi menggunakan H_2SO_4 .
2. Memberikan informasi mengenai aktivitas katalitik karbon batang jagung tersulfonasi dalam mengkonversi PFAD menjadi biodiesel.

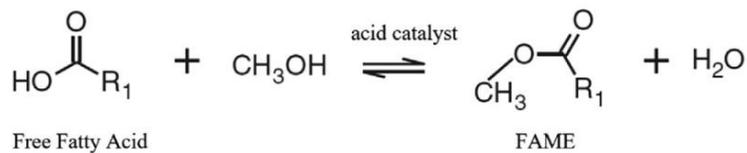
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

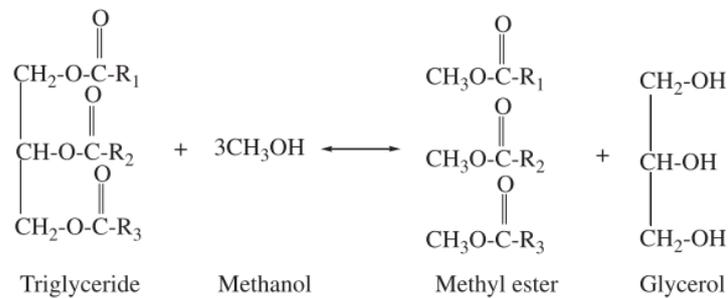
A. Biodiesel dari *Palm Fatty Acid Destillate* (PFAD)

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang dibuat dari lemak hewani atau minyak nabati yang dapat diperbaharui. Biodiesel memiliki kelebihan diantaranya bersifat *biodegradable* (mudah terurai), tidak beracun, angka emisi CO₂ dan emisi sulfur rendah, serta ramah lingkungan (García-Martín et al., 2018).

Biodiesel dapat dibuat dari reaksi kimia bahan baku lemak hewani atau minyak nabati dan alkohol disertai adanya katalis. Reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi merupakan dua reaksi utama untuk mengubah lipid menjadi biodiesel (Abdullah et al., 2017). Esterifikasi atau transesterifikasi minyak nabati dan non-nabati dapat terjadi dengan adanya alkohol dan katalis. Gambar 1 menunjukkan persamaan umum reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam dan gambar 2 merupakan persamaan umum dari reaksi transesterifikasi.



Gambar 1. Reaksi Esterifikasi (Sangar et al., 2019)



Gambar 2. Persamaan Reaksi Transesterifikasi (Lam et al., 2019)

Reaksi esterifikasi lebih ekonomis dibandingkan reaksi transesterifikasi karena bahan baku dan katalis yang digunakan dapat disintesis dari limbah organik yang berasal dari kearifan lokal. *Feedstock* yang digunakan dalam reaksi esterifikasi adalah bahan yang mengandung *Free Fatty Acid* (FFA) tinggi, seperti PFAD. Beberapa penelitian esterifikasi PFAD yang telah dilaporkan tertera dalam tabel berikut.

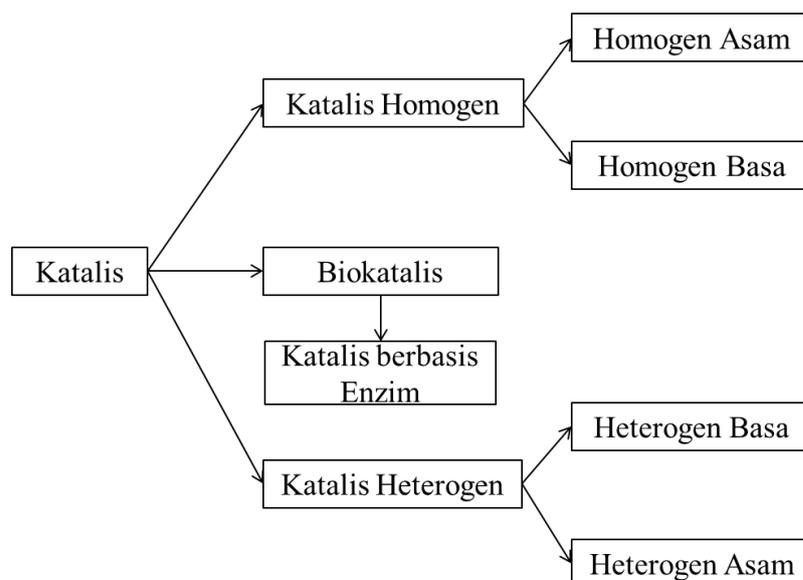
Tabel 1. Penelitian Produksi Biodiesel dari PFAD

No.	Katalis yang digunakan	Metoda esterifikasi	Hasil Penelitian	Referensi
1	Karbon tersulfonasi dari kotoran sapi	10 gram PFAD, katalis 4% dari PFAD, metanol terhadap PFAD (18:1), suhu reaksi 90°C selama 1 jam	Katalis karbon tersulfonasi dari kotoran sapi berhasil mengesterifikasi PFAD dengan mencapai 96,5% konversi FFA dan 93,2% hasil FAME	(Sangar et al., 2019)
2	Katalis karbon tongkol jagung tersulfonasi	10 gram PFAD, katalis 3%, ratio metanol terhadap PFAD (15:1), suhu reaksi 70°C selama 2 jam	Esterifikasi PFAD dengan katalis karbon tongkol jagung tersulfonasi diperoleh konversi 92% FFA dan 85% biodiesel	(Ibrahim et al., 2020)
3	Katalis asam padat (NiSO ₄)/SiO ₂ dari abu sekam padi	3 gr PFAD, katalis 15%, perbandingan metanol terhadap PFAD (5:1) pada suhu 110 °C selama 7 jam	Esterifikasi PFAD dengan katalis NiSO ₄ /SiO ₂ memberikan konversi metil ester tertinggi sebesar 93%	(Embong et al., 2021)
4	Katalis asam padat dari limbah cangkang sayap malaikat/ <i>Angel Wing Shells</i> (AWS)	5 gram PFAD, suhu reaksi 80°C, ratio molar metanol: PFAD (15:1), katalis 5% PFAD, dalam waktu 3 jam	Konversi FAME yang diperoleh dari esterifikasi PFAD menggunakan katalis <i>Angel Wing Shells</i> adalah 98%	(Syazwani et al., 2019)

No.	Katalis yang digunakan	Metoda esterifikasi	Hasil Penelitian	Referensi
5	Katalis karbon tersulfonasi dari cangkang kelapa sawit dan bambu	5 gram PFAD, katalis 4%, rasio metano terhadap PFAD 15:1, suhu 65°C selama 1 jam	Katalis karbon cangkang kelapa sawit berhasil menghasilkan rendemen FAME dan konversi FFA tertinggi masing-masing sebesar 95% dan 97%. Sementara katalis bambu tersulfoasi menghasilkan FAME dan konversi FFA masing-masing 94,2% dan 95,8%.	(Farabi et al., 2019)

B. Katalis Karbon Tersulfonasi

Katalis adalah zat yang dapat mempercepat laju reaksi tanpa ikut bereaksi dalam reaksi tersebut. Katalis dapat mempercepat laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi (Dumbre & Choudhary, 2020). Gambar 3 menunjukkan klasifikasi katalis secara umum yang terlibat dalam produksi biodiesel.



Gambar 3. Klasifikasi Katalis (Bohlouli & Mahdavian, 2019)

1. Katalis Homogen

Katalis homogen berada dalam fase yang sama dengan reaktan dan produk. Katalis ini dapat larut dalam alkohol pada produksi biodiesel. Katalis homogen yang digunakan untuk produksi biodiesel dikategorikan dalam dua jenis yaitu katalis homogen basa dan katalis homogen asam.

Katalis homogen basa yang umum digunakan adalah natrium hidroksida (NaOH), natrium metoksida (NaOCH₃), kalium hidroksida (KOH), natrium etoksida (NaOC₂H₅), natrium peroksida (Na₂O₂), kalium metoksida (KOCH₃), dan natrium butoksida (C₄H₉NaO). Katalis homogen asam yang umum digunakan adalah asam sulfat (H₂SO₄), asam sulfonat (HSO₃R), dan asam klorida (HCl) (Bohlouli & Mahdavian, 2019).

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen secara umum berwujud padat. Katalis heterogen terdiri dari dua jenis yaitu katalis basa dan asam. Katalis heterogen basa yang biasa digunakan seperti golongan alkali tanah dan oksida logam transisi. Sedangkan katalis heterogen asam yang biasa digunakan adalah katalis berbasis algiat, oksida logam transisi, dan karbon tersulfonasi (Talha & Sulaiman, 2016).

Katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi merupakan salah satu katalis heterogen yang sedang berkembang saat ini. Katalis ini memiliki aktivitas katalitik yang tinggi, biaya pembuatan relatif murah (Bastos et al., 2020), dan dapat menjadi solusi masalah yang berkaitan dengan pemisahan katalis homogen (Farabi et al., 2019). Katalis karbon tersulfonasi dapat disintesis dengan memanfaatkan limbah organik material seperti cangkang kelapa sawit, tongkol

jagung, sekam padi, dan lain-lain. Beberapa penelitian yang telah dilaporkan mengenai sintesis karbon tersulfonasi tertera dalam tabel berikut.

Tabel 2. Penelitian Katalis Karbon Tersulfonasi

No.	Sumber Karbon	Metoda	Aplikasi	Hasil	Referensi
1	Batu bara bitumen	Karbonisasi pada suhu 350°C selama 2 jam. Sulfonasi dengan asam sulfat pada suhu 95°C selama 4 jam.	Katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari asam oleat dan metanol	Sintesis katalis asam heterogen berbasis karbon berhasil mengkatalisis esterifikasi asam oleat dengan metanol diperoleh biodiesel sebesar 98,70%	(Tang et al., 2019)
2	Bungkil biji sawit	Kalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam. Sulfonasi dengan H ₂ SO ₄ pada suhu 150°C selama 12 jam.	Katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari PFAD	Katalis karbon bungkil biji sawit tersulfonasi berhasil mengkatalisis esterifikasi PFAD dengan metanol diperoleh konversi biodiesel sebesar 97,8% dan 98,2% FFA	(Akinfalabi et al., 2017)
3	<i>Sargassum horneri</i>	Karbonisasi pada suhu 300°C selama 2 jam dan aktivasi dengan aktivator asam fosfat. Sulfonasi dengan asam sulfat 90°C selama 5 jam	Katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel via esterifikasi	Katalis karbon <i>Sargassum horneri</i> tersulfonasi berhasil mengkatalisis reaksi esterifikasi diperoleh konversi 96,4% asam oleat	(M. Cao et al., 2021)

No.	Sumber Karbon	Metoda	Aplikasi	Hasil	Referensi
4	Limbah kulit jeruk	Karbonisasi dan aktivasi dengan aktivator KOH pada suhu 180°C selama 6 jam. Sulfonasi dengan H ₂ SO ₄ pada suhu 200 °C selama 24 jam dalam reaktor autoklaf berlapis teflon	Katalis karbon tersulfonas i untuk produksi biodiesel dari CAO (<i>Corn Acid Oil</i>) dan metanol	Konversi biodiesel diperoleh 91,68% pada kondisi reaksi optimum menggunakan <i>Box-Behnken Design</i> (BBD) dengan konsentrasi katalis 5%; rasio molar CAO (5 mL) dan metanol = 1 : 19,95 dan waktu reaksi 274 menit.	(Lathiya et al., 2018)
5	<i>Undaria pinnatifida</i>	Karbonisasi hidrotermal pada suhu 200°C selama 3 jam. Sulfonasi dengan asam toluena sulfonat monohidrat pada suhu 85°C selama 24 jam	Katalis asam padat dalam reaksi esterifikasi asam asetat dan etanol	<i>Undaria pinnatifida</i> sebagai katalis asam padat menunjukkan kinerja katalitik paling tinggi 82% dalam reaksi esterifikasi antara asam asetat dan etanol	(Balasubramaniam et al., 2021)

Katalis homogen memiliki beberapa kelemahan dibandingkan katalis heterogen. Katalis homogen sulit dipisahkan dan membutuhkan banyak air untuk memurnikan biodiesel yang dihasilkan. Katalis heterogen lebih disukai saat ini dibandingkan dengan katalis homogen karena sifatnya yang tidak korosif, dapat dengan mudah dipisahkan, dapat digunakan kembali, dan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi (Sangar et al., 2019).

C. Karbon Batang Jagung

Batang jagung termasuk salah satu limbah organik dari hasil pertanian yang mengandung lignin, selulosa, dan hemiselulosa. Presentase kandungan yang terdapat dalam batang jagung adalah 39% selulosa, 42% hemiselulosa, dan 7,3% lignin (Daud et al., 2013). Kandungan ini biasanya dimanfaatkan sebagai bahan kimia dan produk yang bernilai tinggi (Li et al., 2020) seperti diolah menjadi karbon. Beberapa penelitian yang telah dilaporkan mengenai sintesis karbon dari batang jagung tertera dalam tabel berikut.

Tabel 3. Penelitian Karbon dari Batang Jagung

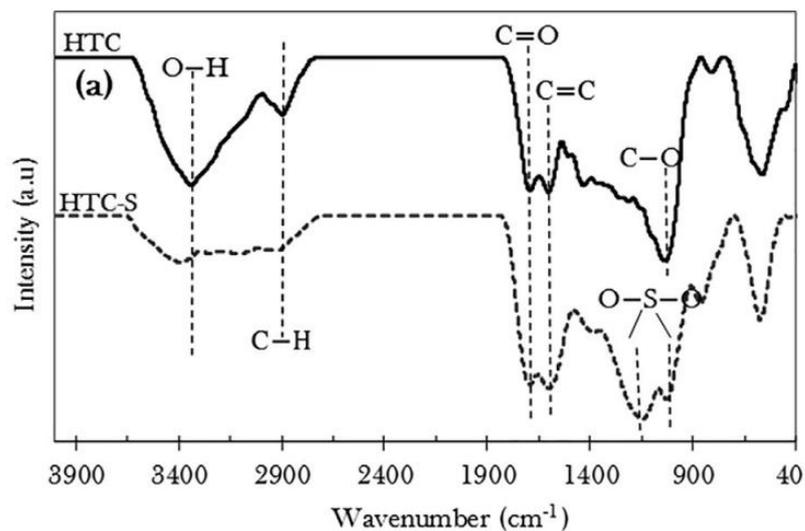
No.	Aktivator	Metoda Sintesis	Aplikasi	Referensi
1	H ₂ SO ₄	<ul style="list-style-type: none"> • Karbonisasi parsial dan <i>etching</i> dengan H₂SO₄ pekat 	Adsorben untuk menghilangkan pewarna kationik	(Zhu et al., 2021)
2	KOH	<ul style="list-style-type: none"> • Metode aktivasi melibatkan larutan KOH (2%, 3%, 4%, 5%) • Morfologi dan struktur ACs dikarakterisasi dengan SEM, TEM, adsorpsi N₂, XRD, FT-IR dan analisis Raman 	Adsorben untuk menghilangkan Cr(VI) dalam <i>aqueous solutions</i>	(Zhao et al., 2020)
3	Asam fosfat	<ul style="list-style-type: none"> • Metode aktivasi kimia menggunakan asam fosfat sebagai aktivator • Karakterisasi karbon aktif menggunakan instrumen SEM, FTIR, metode titrasi Boehm, dan adsorpsi nitrogen 	Untuk adsorpsi <i>malachite green</i>	(Kang et al., 2018)
4	KOH	<ul style="list-style-type: none"> • Karbonisasi pada suhu 400°C dan diaktivasi dengan KOH pada suhu 800, 900 atau 1000°C dalam waktu 1 jam • Karakterisasi dengan menggunakan SEM, metode BET dan DFT 	Untuk adsorpsi uap butanol	(Y. Cao et al., 2017)

D. Karakterisasi Katalis Karbon Tersulfonasi

Karakterisasi katalis karbon tersulfonasi meliputi karakterisasi *local structure* (struktur lokal) dan *bulk structure* (struktur keseluruhan). Karakterisasi struktur lokal menggunakan alat instrumen FTIR dan UV-Vis. Karakterisasi struktur keseluruhan menggunakan XRD, SEM, TEM, dan situs asam. Dalam penelitian ini karakterisasi katalis karbon tersulfonasi hanya menggunakan FTIR, XRD, dan uji situs asam. Hal ini dikarenakan keterbatasan waktu dan dana yang dibutuhkan dalam penelitian.

1. FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung dalam suatu material yang tidak diketahui. Radiasi inframerah sekitar 10.000-100 cm^{-1} dipancarkan melalui sampel dengan sebagian radiasi dilewati dan sebagian diserap. Sampel mengubah radiasi yang diserap menjadi energi vibrasi atau rotasi (Titus et al., 2019).

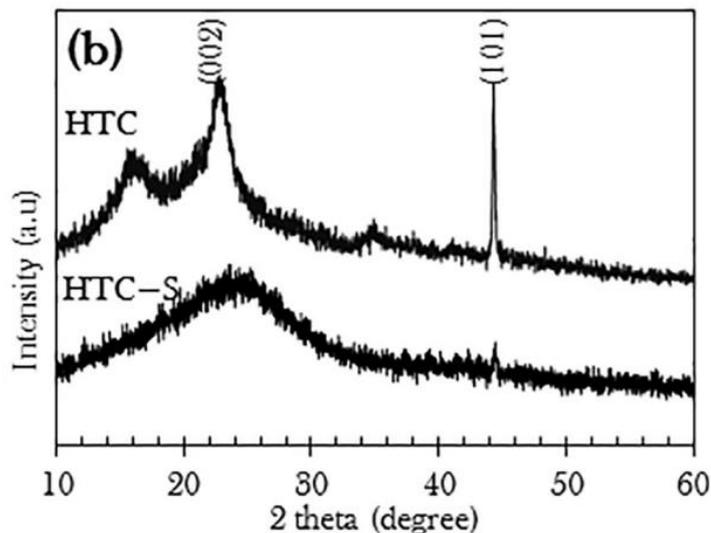


Gambar 4. Spektum IR karbon *hydrothermal corncob* sebelum dan sesudah disulfonasi (Ibrahim et al., 2020)

Gambar 4 merupakan spektrum FTIR dari karbon *hydrothermal corncob* (HTC) dan karbon *hydrothermal corncob* tersulfonasi (HTC-S). HTC dan HTC-S menunjukkan pita serapan pada 1588 dan 1602 cm^{-1} yang dikaitkan dengan variasi ikatan cincin aromatik C=C dari karbon poliaromatik. Pita serapan pada 1693 dan 1695 cm^{-1} dapat ditetapkan pada ikatan C=O dari gugus -COOH, yang menunjukkan adanya gugus asam. HTC menunjukkan puncak C-O intens pada 1038 cm^{-1} terkait dengan karbonisasi polisakarida hemiselulosa dalam tongkol jagung. Adanya gugus -SO₃H yang terikat secara kovalen dengan struktur karbon poliaromatik HTC-S ditunjukkan oleh pita serapan pada 1028 dan 1149 cm^{-1} , yang masing-masing terkait dengan mode ikatan asimetris dan simetris C-O-SO₃H. Puncak pada 3400 cm^{-1} menunjukkan pengurangan vibrasi ikatan gugus -OH dari fenol setelah katalis HTC disulfonasi. Penurunan puncak -OH menunjukkan bahwa H₂SO₄ bertindak sebagai agen dehidrasi. Serapan pita disekitar 2920 cm^{-1} dalam struktur HTC-S adalah pengurangan ikatan C-H asimetris setelah sulfonasi. Puncak ini menunjukkan adanya aktivasi kimia yang menghilangkan sejumlah besar hidrogen dari katalis (Ibrahim et al., 2020).

2. XRD (*X-Ray Diffraction*)

Kristalinitas sampel ditentukan dengan bantuan analisis XRD. Interaksi antara berkas sinar-X dan bidang atom menghasilkan transmisi sebagian berkas, sisanya diserap, dibiaskan, dihamburkan, dan didifraksikan oleh sampel. Sinar-X didifraksikan oleh setiap elemen dengan cara yang berbeda tergantung pada susunan atom dan jenis atom (Titus et al., 2019).



Gambar 5. Pola XRD karbon *hydrothermal corncob* sebelum dan sesudah disulfonasi (Ibrahim et al., 2020)

Pola XRD HTC pada gambar 5 menunjukkan struktur grafis pada $2\theta = 23^\circ$ dan 45° yang ditugaskan untuk bidang karbon masing-masing (0 0 2) dan (1 0 1). Puncak ketidakmurnian HTC ($2\theta = 16^\circ$) menghilang dalam spektrum HTC-S. Katalis HTC-S menunjukkan struktur amorf yang khas dengan puncak $2\theta = 25^\circ$. Hasil ini mengungkapkan HTC-S terdiri dari cincin karbon aromatik polisiklik yang berorientasi secara acak. Spektrek HTC-S menunjukkan bahwa sulfonasi menyebarkan struktur katalis karbon grafit. Selain itu, pengurangan intensitas puncak dapat dikaitkan dengan gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ ke jaringan karbon sp^2 yang menyebabkan peningkatan gangguan diantara lembaran karbon grafit. Hal ini sesuai dengan ukuran kristal rata-rata yang dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer pada puncak paling intens $2\theta = 45^\circ$ (Ibrahim et al., 2020).

3. Situs Asam

Efisiensi produksi katalitik *biofuel* dapat ditentukan berdasarkan sifat dan jumlah situs asam (asam Bronsted atau Lewis). Oleh karena itu, katalis asam dapat digunakan untuk sintesis biodiesel dari minyak berkadar rendah, sangat

asam, dan mengandung air (Parangi & Mishra, 2020). Banyaknya gugus sulfonat yang melekat pada katalis menentukan aktivitas katalitik dari katalis. Kandungan gugus sulfonat diperkirakan dari pertukaran H^+ pada katalis dan Na^+ dalam larutan NaCl dan NaOH. Situs asam pada permukaan katalis asam padat ditentukan dengan menggunakan metode titrasi (Pua et al., 2011).

E. Analisis Sifat-Sifat Biodiesel

Analisis sifat biodiesel diperlukan standar baku sebagai acuan untuk menentukan kualitas dari biodiesel yang dihasilkan. Standar baku yang digunakan sebagai acuan pada penelitian ini yaitu Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015 dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. SNI Biodiesel

No.	Parameter Uji	Metode Uji	Persyaratan	Satuan
1	Massa jenis pada 40°C	SNI 7182:2015	850-890	kg/m ³
2	Viskositas kinematik pada 40°C	SNI 7182:2015	2,3-6,0	mm ² /s (cSt)
3	Angka asam	SNI 7182:2015	0,4	mg KOH/g, maks
4	Abu tersulfatkan	SNI 7182:2015	0,02	% massa, maks
5	Gliserol total	SNI 7182:2015	0,24	% massa, maks
6	Kadar ester metil	SNI 7182:2015	96,5	% massa, min

1. Densitas

Densitas adalah perbandingan massa per satuan volume dalam liter. Karakterisasi ini berhubungan dengan tenaga dan nilai kalor per satuan volume bahan bakar yang dihasilkan oleh mesin diesel. Densitas biodiesel apabila diatas ketentuan maka pada konversi minyak nabati akan terjadi reaksi tidak sempurna. Kualitas biodiesel yang dibawah sebaiknya tidak digunakan untuk mesin diesel

karena dapat menyebabkan kerusakan pada mesin dan meningkatkan emisi (Putri et al., 2012)

2. Viskositas

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

3. Bilangan Asam

Bilangan asam digunakan untuk menentukan jumlah asam lemak bebas yang terkandung dalam sampel bahan bakar. Bilangan asam juga dapat digunakan sebagai sinyal banyaknya pelumasan pada saluran bahan bakar. Satuan bilangan asam adalah mg KOH/g. Bilangan asam yang tinggi dapat menimbulkan masalah korosi pada saluran bahan bakar mesin (Singh et al., 2019).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

1. Katalis karbon tersulfonasi dapat disintesis dari batang jagung untuk produksi biodiesel dari PFAD. Sifat fisikokimia katalis karbon batang jagung tersulfonasi berdasarkan analisis FTIR menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang 1031 cm^{-1} dan 1166 cm^{-1} yang membuktikan bahwa gugus sulfonat berhasil disubstitusi ke permukaan karbon. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa katalis berstruktur amorf. Pada uji situs asam menunjukkan bahwa katalis yang memiliki situs asam tertinggi adalah KSBJ-250.
2. Aktivitas katalitik optimum dari penelitian ini adalah KSBJ-250 yang mampu mengkonversi FFA menjadi FAME sebesar 60,64%. Katalis ini mengalami penurunan aktivitas katalitik setelah digunakan kembali (*recycle*) dalam pembuatan biodiesel dengan persen konversi sebesar 46,06%.

B. Saran

Pada penelitian selanjutnya disarankan untuk menggunakan aliran nitrogen pada proses karbonisasi supaya menghasilkan katalis karbon yang lebih baik. Pada karakterisasi disarankan juga untuk menggunakan instrumen yang lain seperti SEM dan TPD-NH₃.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, S. H. Y. S., Hanapi, N. H. M., Azid, A., Umar, R., Juahir, H., Khatoon, H., & Endut, A. (2017). A review of biomass-derived heterogeneous catalyst for a sustainable biodiesel production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.12.008>
- Akinfalabi, S. I., Rashid, U., Ngamcharussrivichai, C., & Nehdi, I. A. (2020). Synthesis of reusable biobased nano-catalyst from waste sugarcane bagasse for biodiesel production. *Environmental Technology and Innovation*, 18, 100788. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2020.100788>
- 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. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.04.056>
- Aziz, M. A. A., Jalil, A. A., Triwahyono, S., & Ahmad, A. (2015). CO₂ methanation over heterogeneous catalysts: Recent progress and future prospects. <https://doi.org/10.1039/c5gc00119f>
- Balasubramaniam, S., Ninomiya, S., Sasaki, M., Quitain, A., Kida, T., & Saldaña, M. D. A. (2021). Carbon-based solid acid catalyst derived from *Undaria pinnatifida* and its application in esterification. *Algal Research*, 55(December 2020). <https://doi.org/10.1016/j.algal.2021.102272>
- 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(October 2019), 112457. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.112457>
- Bohlouli, A., & Mahdavian, L. (2019). Catalysts used in biodiesel production: a review. <https://doi.org/10.1080/17597269.2018.1558836>
- Cao, M., Peng, L., Xie, Q., Xing, K., Lu, M., & Ji, J. (2021). Sulfonated *Sargassum horneri* carbon as solid acid catalyst to produce biodiesel via esterification. *Bioresource Technology*, 324(December 2020), 124614. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.124614>
- Cao, Y., Wang, K., Wang, X., Gu, Z., Ambrico, T., Gibbons, W., Fan, Q., & Talukder, A. A. (2017). Preparation of active carbons from corn stalk for butanol vapor adsorption. *Journal of Energy Chemistry*, 26(1), 35–41. <https://doi.org/10.1016/j.jechem.2016.08.009>
- Daud, Z., Zainuri, M., Hatta, M., Sari, A., Kassim, M., Awang, H., Aripin, A. M., Education, V., Tun, U., & Onn, H. (2013). Analysis the chemical composition and fiber morphology structure of corn stalk. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 7(9), 401–405.
- Dumbre, D., & Choudhary, V. R. (2020). Properties of functional solid catalysts