

**AKTIVITAS KATALITIK KARBON BIJI ALPUKAT  
(*Persea americana*) TERSULFONASI PADA VARIASI MOL  
METANOL TERHADAP PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*)  
DALAM PRODUKSI BIODIESEL**

**SKRIPSI**

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



**Oleh:  
NAWIRUS SAZALI  
NIM/BP. 16036014 / 2016**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
2020**



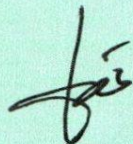
**PERSETUJUAN SKRIPSI**

**AKTIVITAS KATALITIK KARBON BIJI ALPUKAT  
(*Persea americana*) TERSULFONASI PADA VARIASI MOL METANOL  
TERHADAP PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) DALAM PRODUKSI  
BIODIESEL**

Nama : Nawirus Sazali  
NIM : 16036014  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

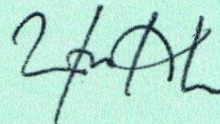
Padang, Februari 2020

Mengetahui:  
Ketua Jurusan



Alizar, S. Pd, M. Sc, Ph. D  
NIP. 19700902 1998011 002

Disetujui oleh:  
Dosen Pembimbing



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



## PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

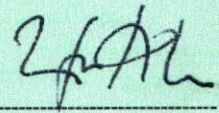
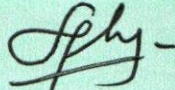
Nama : Nawirus Sazali  
NIM : 16036014  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**AKTIVITAS KATALITIK KARBON BIJI ALPUKAT  
(*Persea americana*) TERSULFONASI PADA VARIASI MOL METANOL  
TERHADAP PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) DALAM PRODUKSI  
BIODIESEL**

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

Padang, Februari 2020

### Tim Penguji

|         | Nama                             | Tanda tangan                                                                          |
|---------|----------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| Ketua   | : Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph. D |  |
| Anggota | : Dra. Sri Benti Etika, M.Si     |  |
| Anggota | : Dr. Desy Kurniawati, M. Si     |  |



## SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Nawirus Sazali  
NIM : 16036014  
Tempat/Tanggal lahir : Jati Baru, 20 April 1997  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Judul Skripsi : **Aktivitas Katalitik Karbon Biji Alpukat (*Persea Americana*) Tersulfonasi pada Variasi Mol Metanol Terhadap PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) dalam Produksi Biodiesel**

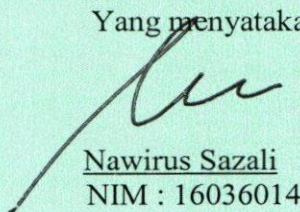
Dengan ini menyatakan bahwa :

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, Februari 2020

Yang menyatakan

  
Nawirus Sazali  
NIM : 16036014



**Aktivitas Katalitik Karbon Biji Alpukat (*Persea americana*) Tersulfonasi  
Pada Variasi Mol Metanol Terhadap PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*)  
Dalam Produksi Biodiesel**

**Nawirus Sazali**

**ABSTRAK**

Riset ini menggunakan katalis asam padat berbasis karbon biji alpukat tersulfonasi dalam pembuatan biodiesel. Katalis yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR, TPD-NH<sub>3</sub> dan XRD. Data FTIR sampel karbon tersulfonasi menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1165- 1028 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi O=S=O pada gugus sulfonat. Pola TPD menunjukkan katalis bersifat asam yang sangat kuat ditandai dengan munculnya puncak tinggi pada suhu 500-900°C. Karakterisasi XRD menunjukkan bahwa katalis merupakan senyawa amorf berbentuk karbon polisiklik aromatik yang tersusun secara acak dan stuktur kristalin yang tersusun secara teratur. Aplikasi optimasi rasio mol metanol terhadap PFAD dari 3:1-15:1 pada biodiesel telah dilakukan. Analisis biodiesel dari PFAD menunjukkan bahwa rasio metanol optimum diperoleh pada 9:1 pada sampel BC dan BCR. Pada rasio ini densitas memiliki nilai tertinggi dan bilangan asam memiliki rasio terendah serta persen konversi tertinggi yaitu BC 76,4% dan BCR 49,9%. Hasil uji densitas dan bilangan asam pada biodiesel yang dihasilkan sesuai dengan standar biodiesel dari PFAD (SNI EB 020551).

Kata Kunci: Katalis asam padat, biodiesel, rasio mol metanol, PFAD

**Catalytic Activity of Sulfonated Avocado Seed (*Persea americana*) on  
Molecular Methanol Variation on PFAD (Palm Fatty Acid Distillate) in  
Biodiesel Production**

**Nawirus Sazali**

**ABSTRACT**

This research uses sulfonated avocado seed carbon-based solid acid catalyst in the making of biodiesel. The resulting catalyst was characterized using FTIR, TPD-NH<sub>3</sub> and XRD. FTIR data of sulfonated carbon samples showed the absorption band at the wave number 1165-1028 cm<sup>-1</sup> which is the vibration of O = S = O in the sulfonate group. The TPD pattern shows a very strong acidic catalyst characterized by the appearance of high peaks at temperatures of 500-900 ° C. XRD characterization shows that the catalyst is an amorphous compound in the form of aromatic polycyclic carbon which is arranged randomly and the crystalline structure is arranged regularly. Application of optimization of mole ratio of methanol to PFAD of 3: 1-15: 1 on biodiesel has been carried out. Biodiesel analysis from PFAD showed that the optimum methanol ratio was obtained at 9: 1 in the BC and BCR samples. In this ratio the density has the highest value and the acid number has the lowest ratio and the highest conversion percent is BC 76.4% and BCR 49.9%. The results of the density and acid number test on the biodiesel produced are in accordance with the biodiesel standard of PFAD (SNI EB 020551).

Keywords: Solid acid catalyst, biodiesel, mole ratio of methanol, PFAD

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat, karunia, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyusun skripsi yang berjudul **Aktivitas Katalitik Karbon Biji Alpukat (*Persia americana*) Tersulfonasi pada Variasi Mol Metanol Terhadap PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) dalam Produksi Biodiesel**. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu persyaratan memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Seluruh pendanaan dalam penelitian yang telah dilakukan dibiayai melalui dana penelitian pembimbing yang berjudul **Aplikasi Limbah Biji Alpukat Sebagai Sumber Karbon dalam Sintesis Katalis Asam Padat untuk Produksi Biodiesel**. Pada kesempatan kali ini penulis mengucapkan terima kasih atas bimbingan, dorongan dan semangat kepada:

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D sebagai Pembimbing sekaligus Dosen Pembimbing Akademik.
2. Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si sebagai dosen pembahas.
3. Ibu Dr. Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si sebagai dosen pembahas.
4. Bapak Alizar, M.Si, Ph.D sebagai Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNP.
5. Bapak Prof Dr Taufik Yap Yun Hin ketua labor PutraCat Universiti Putra Malaysia.
6. Bapak dan ibu staf pengajar serta seluruh staf akademik dan non akademik di Jurusan Kimia FMIPA UNP.

7. Teman-teman kimia angkatan 2016 yang telah membantu dalam pembuatan proposal ini.

8. Semua pihak terkait yang telah ikut berkontribusi dalam proposal ini.

Semoga rahmat dan kaish sayang Allah SWT selalu tercurah pada kita semua serta usaha dan kerja kita bernilai ibadah di hadapan Allah SWT, Amin Ya Rabbal ‘Alamin. Penulis menyadari bahwa proposal ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan masukan dan sara dari pembaca agar proposal ini bermanfaat dikemudian harinya

Padang, 30 Januari 2020

Penulis



## DAFTAR ISI

|                                                                 |      |
|-----------------------------------------------------------------|------|
| ABSTRAK .....                                                   | i    |
| KATA PENGANTAR .....                                            | ii   |
| DAFTAR ISI.....                                                 | v    |
| DAFTAR TABEL .....                                              | vii  |
| DAFTAR GAMBAR .....                                             | viii |
| DAFTAR LAMPIRAN.....                                            | ix   |
| BAB I PENDAHULUAN .....                                         | 1    |
| A. Latar Belakang .....                                         | 1    |
| B. Identifikasi Masalah .....                                   | 5    |
| C. Batasan Masalah .....                                        | 5    |
| D. Rumusan Masalah .....                                        | 6    |
| E. Tujuan Penelitian .....                                      | 6    |
| F. Manfaat Penelitian .....                                     | 7    |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....                                    | 8    |
| A. Biodiesel dari PFAD .....                                    | 8    |
| B. Katalis asam padat .....                                     | 13   |
| C. Karbonisasi Biji Alpukat .....                               | 15   |
| D. Sulfonasi Karbon Sebagai Katalis .....                       | 16   |
| E. Karakterisasi Katalis Asam Padat.....                        | 18   |
| 1. FT-IR (Fourier Transform InfraRed) .....                     | 18   |
| 2. TPD (Temperatur Programmed Desorption) NH <sub>3</sub> ..... | 19   |
| 3. XRD (x-ray diffraction) .....                                | 21   |
| F. Sifat-Sifat Fisika Biodiesel .....                           | 22   |
| 1. Densitas .....                                               | 22   |
| 2. Bilangan asam .....                                          | 23   |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....                              | 24   |
| A. Waktu dan Tempat Penelitian .....                            | 24   |
| B. Variabel Penelitian .....                                    | 24   |

|                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| C. Bahan dan Alat .....                                                                       | 25 |
| 1. Alat .....                                                                                 | 25 |
| 2. Bahan.....                                                                                 | 25 |
| D. Prosedur Penelitian.....                                                                   | 26 |
| 1. Preparasi Katalis Asam Padat .....                                                         | 26 |
| 2. Rasio mol metanol terhadap PFAD dalam Pembuatan Biodiesel .....                            | 26 |
| 3. <i>Reusability</i> Katalis Asam Padat .....                                                | 27 |
| 4. Karakterisasi Katalis Asam Padat dan Uji Sifat Fisik Biodiesel.....                        | 28 |
| E. Desain Penelitian .....                                                                    | 32 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....                                                             | 33 |
| A. Sifat Fisikokimia Karbon Biji Alpukat dan Katalis karbon Biji Alpukat<br>Tersulfonasi..... | 33 |
| B. Produksi biodiesel dari Rasio mol metanol terhadap PFAD .....                              | 38 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....                                                              | 45 |
| A. Kesimpulan.....                                                                            | 45 |
| B. Saran.....                                                                                 | 45 |
| REFERENSI .....                                                                               | 46 |
| LAMPIRAN.....                                                                                 | 50 |



## DAFTAR TABEL

| Tabel                                                                      | Halaman |
|----------------------------------------------------------------------------|---------|
| 1. Standar pembuatan biodiesel.....                                        | 9       |
| 2. Sifat fisikokimia dari PFAD .....                                       | 10      |
| 3. Perbandingan kondisi reaksi untuk berbagai katalis asam heterogen ..... | 15      |
| 4. Total situs asam katalis .....                                          | 21      |
| 5. Label produk biodiesel yang dihasilkan.....                             | 29      |
| 6. Interpretasi spektra .....                                              | 34      |
| 7. Hasil densitas .....                                                    | 39      |
| 8. Persen FFA dan konversi BCnR dan BCR dari PFAD.....                     | 42      |

## DAFTAR GAMBAR

| Gambar                                                                                   | Halaman |
|------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| 1. Reaksi Transesterifikasi .....                                                        | 11      |
| 2. Mekanisme reaksi transesterifikasi .....                                              | 11      |
| 3. Reaksi esterifikasi (Sangar, Syazwani, et al., 2019). ....                            | 12      |
| 4. Mekanisme reaksi esterifikasi (Loqman, 2015) .....                                    | 12      |
| 5. Proses Kalsinasi dan Sulfonasi .....                                                  | 16      |
| 6. Spektra FTIR dari Karbon Glukosa (ICG) dan katalis sulfonasi. ....                    | 18      |
| 7. TPD-NH <sub>3</sub> dari (a) CG, (b) SCG-2, (c) SCG-5, dan (d) SCG-10.....            | 20      |
| 8. Pola XRD dari (a) CG, (b) SCG-2, (c) SCG-5, dan (d) SCG-10. ....                      | 22      |
| 9. Set up alat untuk refluks (Sangar, et al., 2019) .....                                | 25      |
| 10. Spektra FTIR, (a) karbon sebelum sulfonasi dan (b) karbon sesudah sulfonasi<br>..... | 35      |
| 11. Pola TPD-NH <sub>3</sub> untuk karbon sesudah sulfonasi .....                        | 36      |
| 12. Pola XRD karbon biji alpukat tersulfonasi .....                                      | 37      |
| 13. Biodiesel dengan rasio mol metanol yang dihasilkan (a) BC dan (b) BCR..              | 38      |
| 14. Densitas biodiesel.....                                                              | 40      |
| 15. Bilangan Asam biodiesel.....                                                         | 41      |
| 16. Persen konversi FFA ( <i>free fatty acid</i> ) biodiesel.....                        | 43      |



## DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran                                       | Halaman |
|------------------------------------------------|---------|
| 1. Pembuatan Larutan.....                      | 50      |
| 2. Diagram Alir Penelitian .....               | 52      |
| 3. Penentuan Bilangan Penyabunan .....         | 55      |
| 4. Karakterisasi sifat fisika biodiesel .....  | 56      |
| 5. Perhitungan Bilangan Penyabunan dan Mr..... | 58      |
| 6. Karakterisasi Katalis Asam Padat .....      | 59      |
| 7. Perhitungan sifat fisika biodiesel .....    | 62      |
| 8. Dokumentasi penelitian.....                 | 71      |
| 9. <i>Letter of acceptance</i> .....           | 74      |

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **A. Latar Belakang**

Dewasa ini, banyak negara di seluruh dunia telah memanfaatkan sumber daya terbarukan untuk menstabilkan sumber energi. Kecenderungan ini dipicu oleh tingginya harga bahan bakar fosil, permintaan energi yang meningkat, dan kekhawatiran tentang implikasi bahan bakar fosil pada iklim global yang terus meningkat (Obidzinski, Andriani, Komarudin, & Andrianto, 2012). Biofuel telah muncul sebagai sumber energi alternatif untuk bahan bakar fosil untuk memulihkan krisis energi dan pencemaran lingkungan. Salah satu biofuel yang paling menjanjikan adalah biodiesel (Zhou et al., 2018). Biodiesel dapat diproduksi dari limbah organik seperti lemak hewan, *waste cooking oil* dan destilate asam lemak sawit (PFAD) (Kefas, Yunus, Rashid, & Taufiq-Yap, 2018).

Destilat asam lemak sawit (PFAD) merupakan produk sampingan yang dihasilkan dari proses penyulingan minyak sawit mentah (Kefas et al., 2018). Produksi PFAD yang dihasilkan di Indonesia mencapai 1 juta ton/tahun (tahun 2014). Destilate asam lemak sawit (PFAD) memiliki kandungan asam lemak bebas 85% (Ibrahim, Rashid, Taufiq-Yap, Yaw, & Ismail, 2019), trigliserida 10% dan kandungan kecil sterol, vitamin E dan squalene (Akinfalabi, Rashid, Yunus, & Taufiq-Yap, 2017). Selama ini PFAD digunakan untuk produksi sabun dan detergen. Tingginya kandungan asam lemak bebas dari PFAD memungkinkan untuk dijadikan bahan baku pembuatan biodiesel. Produksi biodiesel umumnya menggunakan katalis untuk meningkatkan laju reaksi. Katalis yang sesuai

digunakan dalam produksi biodiesel dari PFAD yang menyandang FFA tinggi adalah katalis asam. Katalis asam heterogen lebih berkembang dari homogen karena memiliki fasa padat sehingga mudah dipisahkan dan biaya produksi relatif murah. Beberapa contoh katalis asam padat adalah zeolit, oksida logam tersulfonasi, dan karbon tersulfonasi (Fan, Si, Sun, & Zhang, 2019).

Sulfonasi adalah proses substitusi gugus sulfonat ( $\text{HSO}_3$ ) pada kerangka karbon senyawa aromatik polisiklik. 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 (Wang et al, 2015).

Katalis karbon tersulfonasi adalah katalis yang dihasilkan dari substitusi gugus sulfonat kedalam matriks karbon. Karbon tersulfonasi lebih menjanjikan sebagai katalis dalam esterifikasi PFAD menjadi biodiesel. Karbon yang dihasilkan memiliki struktur polisiklik dalam struktur tiga dimensi dengan ikatan  $\text{sp}^3$ . Hal ini disebabkan karena katalis dari karbon tersulfonasi dapat disintesis dari limbah organik yang mengandung glukosa, pati, lignin dan selulosa seperti tongkol jagung, ampas tebu, bambu dan kentang (Garg, Bisht, & Ling, 2014).

Biji sawit dan bambu telah dilaporkan sebagai sumber karbon yang dikarbonisasi dengan metode pirolisis pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Karbon tersebut disulfonasi dengan  $\text{HSO}_3\text{Cl}$  pada suhu  $70^\circ\text{C}$  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



pirolisis pada suhu 700°C selama 2 jam. Karbon tandan kelapa sawit di sulfonasi dengan  $\text{HSO}_3\text{Cl}$  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).

Biji alpukat merupakan salah satu limbah padat yang dihasilkan dari proses komersial dan bernilai ekonomis yang tinggi. Limbah ini mengandung pati sekitar 30%-80% dari berat keringnya (Chel-Guerrero et al. 2016). Biji alpukat telah diaplikasikan sebagai sumber pakan pada ternak, obat-obatan, kosmetik, absorben dan pupuk kompos. Namun pemanfaatan limbah ini belum maksimal di Indonesia. Berdasarkan komposisinya, limbah biji alpukat sangat potensial sebagai sumber karbon karena memiliki kandungan pati yang tinggi. Oleh karena itu, biji alpukat bisa digunakan sebagai sumber karbon untuk pembuatan katalis karbon tersulfonasi.

Rasio mol metanol terhadap minyak merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi konversi minyak menjadi biodiesel. Berdasarkan penelitian yang telah dilaporkan penggunaan katalis dari biji kelapa sawit yang tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari PFAD memiliki kondisi optimum reaksi pada perbandingan molar 9:1 metanol terhadap PFAD dengan konversi FFA 98,2%. Reaksi ini menggunakan katalis 2,5% pada suhu reaksi 60°C selama 2 jam (Akinfalabi et al., 2017).

Katalis glukosa tersulfonasi digunakan dalam produksi biodiesel dengan reaksi esterifikasi. Kondisi reaksi optimum yang dihasilkan rasio molar metanol terhadap PFAD 12,2:1, konsentrasi katalis 2,9% dan waktu yang dibutuhkan 134

menit. Konversi FFA yang dihasilkan dari reaksi ini sekitar 97% (Lokman, Rashid, & Taufiq-yap, 2015). Perbandingan molar metanol dengan PFAD 18: 1 ditentukan sebagai optimum untuk esterifikasi PFAD menggunakan katalis dari karbon kotoran sapi yang tersulfonasi dengan konversi FFA 90%. Reaksi ini dilakukan dengan katalis 4% pada suhu 90°C selama 1 jam (Sangar, Syazwani, et al., 2019). Hasil-hasil diatas menunjukkan perbandingan mol metanol terhadap minyak mempengaruhi reaksi produksi biodiesel.

Pada grup riset ini juga telah disintesis katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi yang berasal dari biji alpukat. Katalis ini telah diaplikasikan ke beberapa sumber minyak seperti minyak jelantah, minyak sawit, dan PFAD. Namun demikian, belum dilakukan optimasi rasio mol metanol terhadap metanol dalam produksi biodiesel. Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan optimasi rasio mol metanol terhadap PFAD dalam produksi biodiesel dari PFAD dan metanol. Selain itu, *reusability* katalis juga dilakukan untuk mengetahui stabilitas gugus sulfonat dalam katalis karbon tersulfonasi. Katalis dipreparasi dengan metoda kalsinasi pada suhu 350°C untuk menghasilkan karbon dan disulfonasi dengan  $H_2SO_4$ . Katalis dikarakterisasi dengan FTIR, TPD-NH<sub>3</sub> dan XRD, sedangkan produksi biodiesel yang dihasilkan diuji dengan densitas dan bilangan asam.

## **B. Identifikasi Masalah**

Berdasarkan latar belakang diatas dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut :

1. Biodiesel merupakan salah satu sumber energi terbarukan yang potensial untuk mengatasi kelangkaan bahan bakar fosil. Biodiesel dapat diproduksi dari limbah organik seperti PFAD.
2. PFAD merupakan limbah sawit yang potensial digunakan sebagai sumber biodiesel karena mempunyai FFA tinggi.
3. Katalis yang potensial digunakan untuk produksi biodiesel adalah katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi.
4. Limbah biji alpukat berpotensi sebagai sumber karbon dalam sintesis katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi karena mengandung pati sekitar 30-80%.
5. Rasio mol metanol terhadap PFAD merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi dalam produksi biodiesel. Sehingga perlu adanya optimasi rasio mol terhadap PFAD.

## **C. Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi diaktifasi melalui 2 tahap yaitu karbonasi pada suhu 350°C dan sulfonasi dengan menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> selama 4 jam pada suhu 160°C.
2. Karakterisasi sifat fisikokimia katalis asam padat dilakukan dengan FTIR, XRD, dan TPD-NH<sub>3</sub>.
3. Bahan baku yang digunakan dalam pembuatan biodiesel ini adalah PFAD.



4. Massa katalis yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari minyak PFAD adalah 4%.
5. Rasio mol metanol terhadap PFAD yang digunakan adalah 3:1, 6:1, 9:1, 12:1 dan 15:1.
6. Analisis biodiesel yang akan dihasilkan meliputi sifat-sifat fisika (densitas dan bilangan asam).

#### **D. Rumusan Masalah**

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimanakah sifat fisikokimia katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi yang disintesis dari karbon biji alpukat dan disulfonasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ?
2. Bagaimanakah pengaruh optimasi rasio mol metanol terhadap PFAD dalam konversi biodiesel yang dihasilkan dari PFAD?
3. Bagaimanakah sifat-sifat biodiesel yang dihasilkan dari katalis karbon tersulfonasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ?
4. Bagaimanakah *reusability* katalis karbon tersulfonasi terhadap persen konversi biodiesel yang dihasilkan?

#### **E. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengidentifikasi sifat fisikokimia katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi yang disintesis dari karbon biji alpukat dan disulfonasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
2. Menentukan pengaruh optimasi rasio mol metanol terhadap PFAD dalam konversi biodiesel yang dihasilkan dari PFAD.

3. Menentukan sifat-sifat biodiesel yang dihasilkan dari katalis karbon tersulfonasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
4. Mempelajari *reusability* katalis karbon tersulfonasi terhadap persen konversi biodiesel yang dihasilkan.

#### **F. Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu :

1. Memberikan informasi tentang sifat fisikokimia katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi yang disintesis dari karbon biji alpukat dan disulfonasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
2. Memberikan informasi mengenai pengaruh optimasi rasio mol metanol terhadap PFAD dalam konversi biodiesel yang dihasilkan dari PFAD.
3. Memberikan informasi tentang sifat-sifat biodiesel yang dihasilkan dari katalis karbon tersulfonasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
4. Memberikan informasi *reusability* katalis karbon tersulfonasi terhadap persen konversi biodiesel yang dihasilkan.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **A. Biodiesel dari PFAD**

Biodiesel dapat didefinisikan sebagai ester monoalkil dari minyak dari sayuran dan lemak hewani (Lamba, Sarkar, & Kumar, 2018). Menurut ASTM (*American Society for Testing dan Material Standard*) biodiesel digambarkan sebagai ester monoalkil dari asam lemak rantai panjang yang dihasilkan dari minyak nabati atau lemak hewani dalam reaksi esterifikasi (Guerrero et al., 2011). Biodiesel memberikan manfaat bagi lingkungan dan menjadi alternatif sebagai bahan bakar terbarukan untuk masa depan. Biodiesel memiliki keuntungan diantaranya biofuel terbarukan dan biodegradable, menghasilkan emisi yang rendah bagi lingkungan, (Guerrero et al., 2011), tidak beracun, kandungan sulfur rendah, mempunyai titik nyala yang unggul dan memiliki efisiensi pembakaran yang lebih tinggi (Talha & Sulaiman, 2016).

Bahan baku untuk pembuatan biodiesel berasal dari minyak nabati dan minyak hewani. Beberapa jenis minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku untuk produksi biodiesel yaitu bunga matahari, minyak sawit, lobak, kanola dan minyak kelapa (Zhang et al., 2017). Namun, kelemahan utama menggunakan minyak nabati sebagai bahan baku adalah harga minyak nabati yang tinggi, 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. Diantara sumber minyak tersebut PFAD merupakan salah satu

sumber minyak yang menjanjikan untuk proses produksi biodiesel. PFAD merupakan produk sampingan yang dihasilkan dari proses penyulingan minyak sawit mentah (Kefas et al., 2018). Sifat bahan bakar biodiesel PFAD yang dihasilkan dibandingkan dengan standar biodiesel. Berikut ini perbandingan sifat fisik biodiesel dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan Sifat bahan bakar biodiesel PFAD yang dihasilkan dengan standar biodiesel

| Sifat Bahan Bakar                                    | Metode pengujian         | PFAD metil ester               | ASTM D6751-2 Rashid et al. [47] | EN14214 Lokman et al. [16] |
|------------------------------------------------------|--------------------------|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------|
| Bilangan Asam (mg KOH/g of sample)                   | AOCS Ca 5a-40/ ASTM D664 | $0.45 \pm 0.01$                | 0.80 max                        | 0.50 max                   |
| Viskositas (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ; 40 °C) | ASTM D445                | $4.85 \pm 0.03$                | 1.9–6.0                         | 3.5–5.0                    |
| Densitas (15 °C), kg L <sup>-1</sup>                 | ASTM D5002               | $0.87 \pm 0.01$                | 0.87–0.9                        | 0.86–0.9                   |
| Kadar Air                                            | ASTM D6304               | $0.03 \pm 0.08$                | 0.03% max                       | 500                        |
| Pour point (°C)                                      | ASTM D97                 | $12 \pm 0.21$                  | -15 to 16                       | –                          |
| Kadar Belerang (°C)                                  | ASTM D4294               | $0.001 \pm 0.0005$ ppm @ 0.05% | 0.0015 ppm @ 0.05% max          | 0.001 ppm @ 0.05% max      |

PFAD memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi yaitu sekitar 85% (Ibrahim et al., 2019), trigliserida (10% berat) dan kandungan kecil sterol, vitamin E dan squalene (Akinfalabi et al., 2017). Sifat fisikokimia dari PFAD dapat dilihat pada tabel 2.

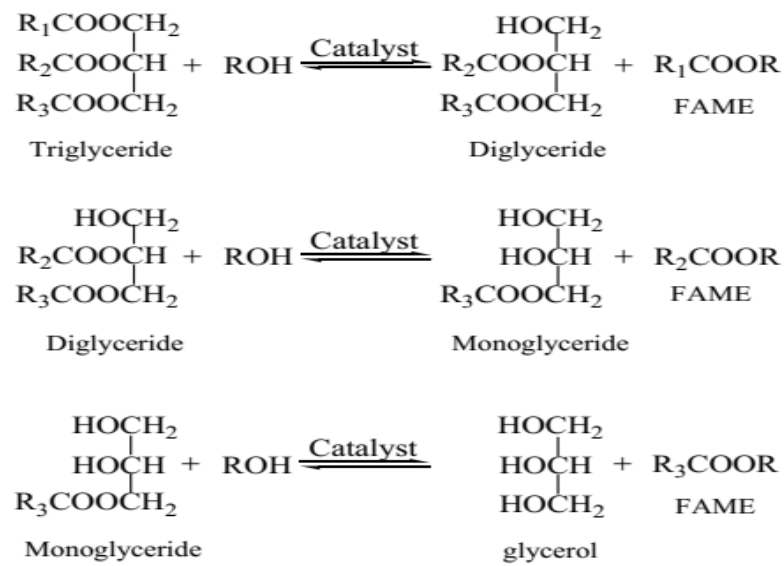


Tabel 2. Sifat fisikokimia dari PFAD

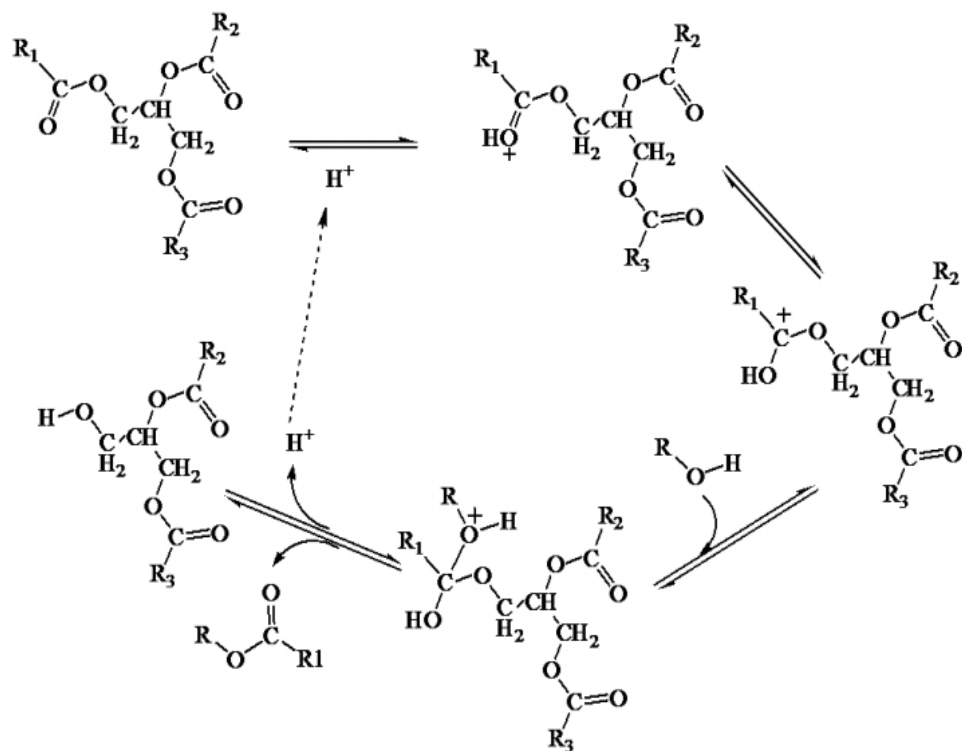
| Parameter                              | Nilai            | Metode yang digunakan |
|----------------------------------------|------------------|-----------------------|
| Asam lemak bebas (%)                   | 90.24            | AOCS Ca 5a-40         |
| Berat molekul (g/mol)                  | 270.11           | AOCS Cd 3-25          |
| Nilai saponifikasi (mg KOH)/(g sample) | 207.69           |                       |
| Asam lemak                             | Komposisi (wt.%) |                       |
| Asam miristat, C <sub>14:0</sub>       | 1.03             |                       |
| Asam palmitat, C <sub>16:0</sub>       | 48.02            |                       |
| Asam stearat, C <sub>18:0</sub>        | 3.42             |                       |
| Asam oleat, C <sub>18:1</sub>          | 41.01            |                       |
| Asam lenoleat, C <sub>18:2</sub>       | 6.52             |                       |

(Kefas et al., 2019)

Biodiesel dapat diproduksi dari esterifikasi dan transesterifikasi dari lemak hewan atau minyak nabati dengan adanya alkohol seperti metanol, etanol, dan propanol. Secara umum, produksi biodiesel membutuhkan enzim atau katalis baik katalis homogen maupun heterogen untuk mempercepat reaksi (Sangar, Syazwani, et al., 2019). Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi antara tiga alkil gliserida (Try-Alkyl Glycerides) dengan alkohol rantai pendek seperti metanol menghasilkan gliserol. Persamaan reaksi transesterifikasi dapat dilihat pada gambar 1 dan mekanisme reaksi dapat dilihat pada gambar 2.

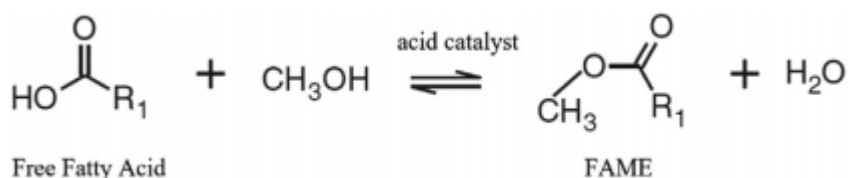


Gambar 1. Reaksi Transesterifikasi (Fang, 2011)

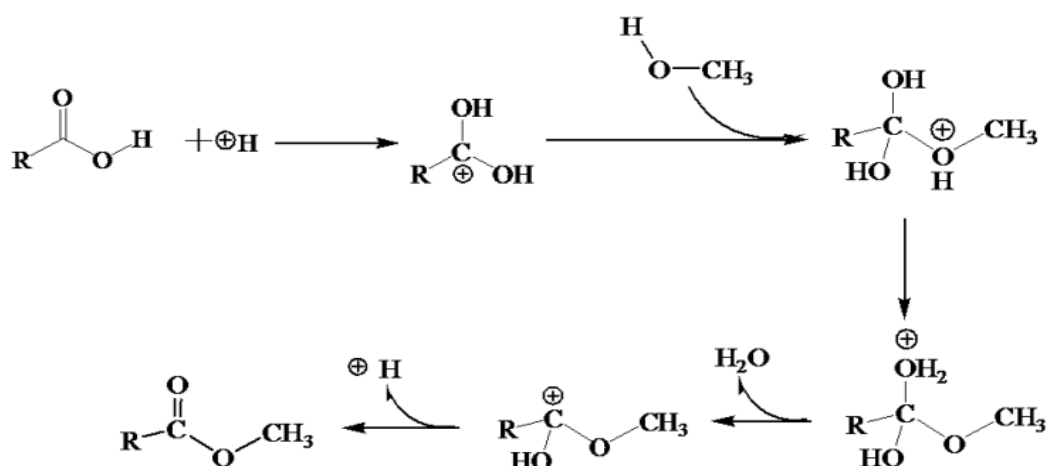


Gambar 2. Mekanisme reaksi transesterifikasi (Fang, 2011)

Sedangkan reaksi esterifikasi merupakan reaksi asam lemak bebas dengan metanol menghasilkan air. Persamaan reaksi esterifikasi dapat dilihat pada gambar 3 dan mekanisme reaksinya dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 3. Reaksi esterifikasi (Sangar, Syazwani, et al., 2019).



Gambar 4. Mekanisme reaksi esterifikasi (Fang, 2011)

Dalam esterifikasi, katalis asam homogen seperti asam klorida (HCl), asam nitrat (HNO<sub>3</sub>), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) telah digunakan tetapi menunjukkan beberapa kelemahan karena tidak dapat digunakan kembali dan rumit dalam pemurnian katalis, sehingga menggunakan katalis asam padat sebagai alternatif dapat memecahkan kelemahan ini. Baru-baru ini, katalis heterogen lebih dibandingkan dengan katalis homogen karena mudah dipisahkan, bisa digunakan kembali dan tidak memerlukan langkah pemurnian. Bahkan, katalis heterogen lebih efektif dalam produksi biodiesel karena proses ini biayanya rendah dan tidak berdampak terhadap lingkungan (Sangar, Syazwani, et

al., 2019). Sehingga katalis asam padat sangat cocok dalam produksi biodiesel menggunakan PFAD yang mempunyai FFA tinggi.

## **B. Katalis asam padat**

Katalis adalah senyawa yang berfungsi untuk mempercepat suatu reaksi pada suhu dan waktu tertentu dan akan kembali ke bentuk semula pada akhir dari proses reaksi kimia. Katalisis dapat mengubah suatu reaksi kimia melalui ikatan kimia. Ikatan kimia dapat dibentuk dan dipecah untuk memperoleh produk yang diinginkan daripada yang tidak diinginkan, khususnya dalam reaksi kimia (Garg, Bisht, & Ling, 2014). Produksi biodiesel ada tiga jenis katalis yaitu katalis basa, katalis asam dan katalis enzim. Katalis enzim dalam pembuatan biodiesel kurang diminati karena relatif mahal dan memerlukan waktu reaksi yang lama (Talha & Sulaiman, 2016). Berdasarkan fasanya katalis terbagi dua yaitu katalis homogen dan heterogen.

Katalis asam homogen tidak dapat mengkonversi asam lemak bebas untuk menjadi biodiesel. Asam lemak bebas ini akan menghasilkan sabun yang menghambat pemisahan ester, gliserin, dan air cuci ketika bereaksi dengan katalis basa. Oleh karena itu, trans-esterifikasi terkatalisis asam diusulkan untuk mengatasi banyak teka-teki yang disebabkan oleh katalis basa cair. Dalam produksi biodiesel, asam klorida dan asam sulfat disukai sebagai katalis. Meskipun ketidaksensitifannya terhadap asam lemak bebas dalam bahan baku dan dapat mengkatalisis esterifikasi dan transesterifikasi secara bersamaan, katalis asam telah kurang populer dalam reaksi transesterifikasi karena memiliki laju reaksi yang relatif lebih lambat.

Katalis basa homogen lebih disukai karena reaksi transesterifikasi memiliki laju reaksi lambat. Katalis ini umumnya digunakan karena beberapa keuntungan seperti mampu mengkatalisis reaksi pada suhu reaksi rendah dan tekanan atmosfer, konversi tinggi dalam waktu yang lebih singkat. Secara ekonomis natrium metoksida ( $\text{NaOCH}_3$ ) dan kalium metoksida ( $\text{KOCH}_3$ ) adalah katalis yang lebih baik daripada natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) dan kalium hidroksida ( $\text{KOH}$ ) karena kemampuan untuk berdisosiasi menjadi  $\text{CH}_3\text{O}^-$  dan  $\text{Na}^+$  dan  $\text{CH}_3\text{O}^-$  dan  $\text{K}^+$  masing-masing ketika membandingkan pada hasil biodiesel. Katalis basa lebih umum digunakan dalam produksi biodiesel komersial karena tidak membentuk air selama reaksi transesterifikasi.  $\text{NaOH}$  dan  $\text{KOH}$  adalah katalis basa homogen yang paling umum dalam produksi biodiesel.

Beberapa penelitian telah dilakukan pada katalis heterogen untuk mengatasi masalah yang disebabkan oleh katalis homogen dalam produksi biodiesel. Salah satu contoh dari katalis basa heterogen adalah kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) dimana memiliki keuntungan aktivitas yang lebih tinggi, waktu hidup katalis yang lama, katalis yang relatif mudah dipisahkan dan katalis dapat digunakan kembali (Talha & Sulaiman, 2016). Penggunaan katalis asam heterogen lebih berkembang dibandingkan katalis homogen karena memiliki kelebihan seperti kereaktifan tinggi, memiliki aktivitas katalitik yang baik, stabilitas yang baik dan mempunyai pusat permukaan yang aktif, keasaman yang kuat, murah, stabil, ramah lingkungan dan dapat digunakan kembali (Nata, Putra, Irawan, & Lee, 2017).

Katalis asam padat heterogen mempunyai fasa yang berbeda dengan reaktan dan produk sehingga mudah dipisahkan. Oleh karena itu, katalis asam padat



dengan kinerja katalitik tinggi memiliki potensi besar dalam reaksi yang dikatalisis oleh asam. Mengenai katalis asam padat heterogen, jumlah permukaan katalis menjadi faktor penting yang menentukan jumlah dan ketersediaan situs aktif (Miao et al., 2018). Perbandingan kondisi reaksi untuk berbagai katalis asam heterogen dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Perbandingan kondisi reaksi untuk berbagai katalis asam heterogen (Talha & Sulaiman, 2016)

| Katalis                           | Kondisi reaksi |                    |                    |                                  |                    | % Hasil Biodiesel |
|-----------------------------------|----------------|--------------------|--------------------|----------------------------------|--------------------|-------------------|
|                                   | Suhu (°C)      | Persen katalis (%) | Jenis minyak       | Jenis alkohol (alkohol : Minyak) | Waktu Reaksi (jam) |                   |
| Titanium doped amorphous zirconia | 245            | 0,5                | Minyak biji rapa   | Metanol ( 40:1 )                 | -                  | 65%               |
| Sulfated zirconia                 | 65             | 1                  | Minyak neem        | Metanol ( 9:1 )                  | 2                  | 95%               |
| Carbon-based solid acid catalyst  | 220            | 0,2                | Minyak sayur bekas | Metanol ( 16,8:1 )               | 4,5                | 94,8%             |

### C. Karbonisasi Biji Alpukat

Kalsinasi adalah penguraian suatu material atau molekul organik pada temperatur rendah tanpa atau adanya udara. Senyawa organik yang telah menjadi karbon diamati luas permukaan, diameter pori, volume pori keseluruhan, dan karakterisasi sifat kimia (Julius, 2015).

Alpukat adalah buah-buahan yang memiliki nutrisi tinggi untuk kesehatan. Kebutuhan produksi alpukat di Indonesia mencapai 200/300 ton per tahun 2016. Tingginya minat masyarakat terhadap buah alpukat akan terus meningkat setiap tahunnya. Hal ini, mengakibatkan limbah biji alpukat yang dihasilkan melimpah (Zhu et al, 2016). Biji alpukat memiliki kandungan 71,9% karbohidrat, 4,8% protein, 4,6% lipid, 3,9% serat, 3,4% abu dan 8,7% kelembaban. Polifenol dan tanin adalah senyawa yang paling sedikit (Colombo & Papetti, 2019). Biji alpukat dapat digunakan sebagai karbon aktif karena kandungan pati yang tinggi. Hal ini dapat mengurangi limbah biji alpukat yang terbuang (Zhu et al, 2016).

#### D. Sulfonasi Karbon Sebagai Katalis

Sulfonasi adalah proses substitusi gugus sulfonat ( $\text{HSO}_3$ ) pada kerangka karbon senyawa aromatik polisiklik. Cincin aromatik polisiklik memberikan struktur yang kuat dan stabil terikat secara kovalen dengan gugus  $\text{HSO}_3$  sebagai bahan asam padat yang tidak larut (Lokman, Rashid, Yunus, & Taufiq-Yap, 2014). Proses kalsinasi yang dilanjutkan dengan sulfonasi dapat dilihat pada gambar 5.



Gambar 5. Proses Kalsinasi dan Sulfonasi (Fang, 2011)

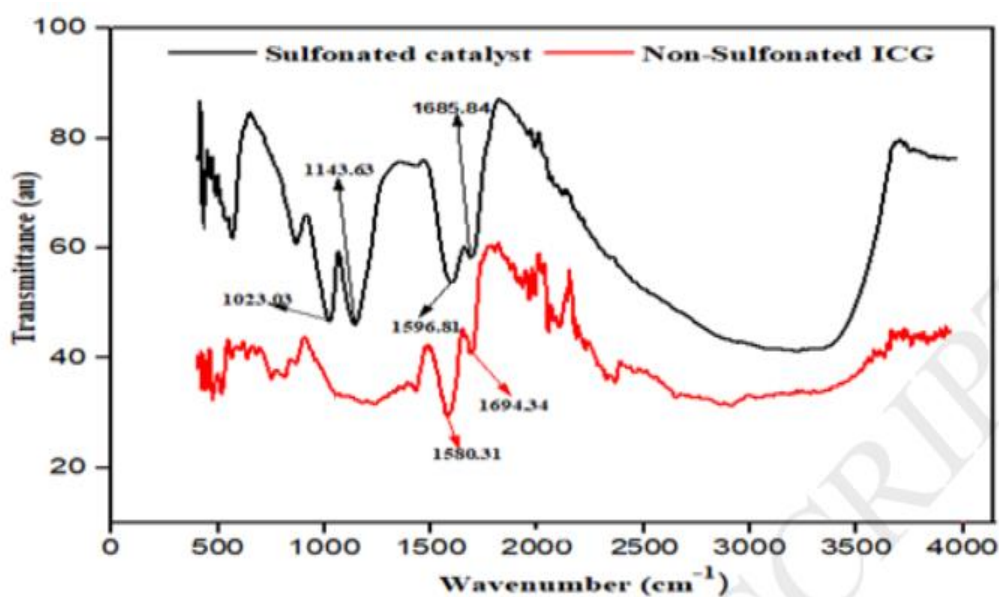
Beberapa asam padat tersulfonasi, seperti oksida logam tersulfonasi, karbon tersulfonasi, dan zeolit tersulfonasi mendapat banyak perhatian dari para peneliti (Fan et al., 2019). Oksida logam sulfat menunjukkan sifat yang sangat asam karena adanya gugus fungsi sulfat (Syazwani, Rashid, Mastuli, & Taufiq-Yap, 2019). Gugus fungsi asam sulfat memiliki keasaman yang kuat, stabilitas tinggi, ramah lingkungan, mudah dipisahkan dan digunakan kembali. Sehingga, sintesis dan aplikasi cairan ionik ini telah mendapat perhatian luas. Namun, cairan ionik ini terutama dalam sistem polar menyulitkan untuk pemisahan dan pemurnian katalis. Untuk mengatasi masalah ini cairan ionik diubah menjadi padatan (Li & Liang, 2017).

Katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi adalah material yang berasal dari karbon amorf yang mempunyai lembaran karbon aromatik polisiklik berukuran kecil dan terdapat pusat aktif asam pada permukaan karbon. Penelitian terbaru mengenai katalis asam padat berbasis karbon bersumber dari pati dengan dipreparasi melalui proses reaksi sulfonasi. Metode sulfonasi yang digunakan menyebabkan pusat aktif asam terbentuk di permukaan karbon, dan hal ini sangat efektif untuk sintesis biodiesel dengan kandungan FFA tinggi (Lokman et al., 2014). Hasil residu pembakaran dari bambu, jerami jagung, sekam kacang tanah dan residu kopi adalah karbonisasi dan difungsikan dengan adanya penambahan gugus  $-SO_3H$  melalui sulfonasi untuk menghasilkan katalis asam padat yang diturunkan dari biomassa yang dapat digunakan dalam esterifikasi FFA (Bureros et al., 2019).

## E. Karakterisasi Katalis Asam Padat

### 1. FT-IR (*Fourier Transform InfraRed*)

FTIR digunakan untuk menyelidiki keberadaan gugus fungsi dalam katalis. Prinsip kerja FTIR adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan dikualifikasikan. Perubahan yang terjadi pada posisi pita dan intensitasnya dalam spektrum FTIR akan berhubungan dengan perubahan komposisi kimia dalam suatu bahan (Farabi et al., 2019). Spektrum FTIR dari gugus fungsi pada struktur karbon glukosa (ICG) dan katalis hasil sulfonasi dapat dilihat pada gambar 6.



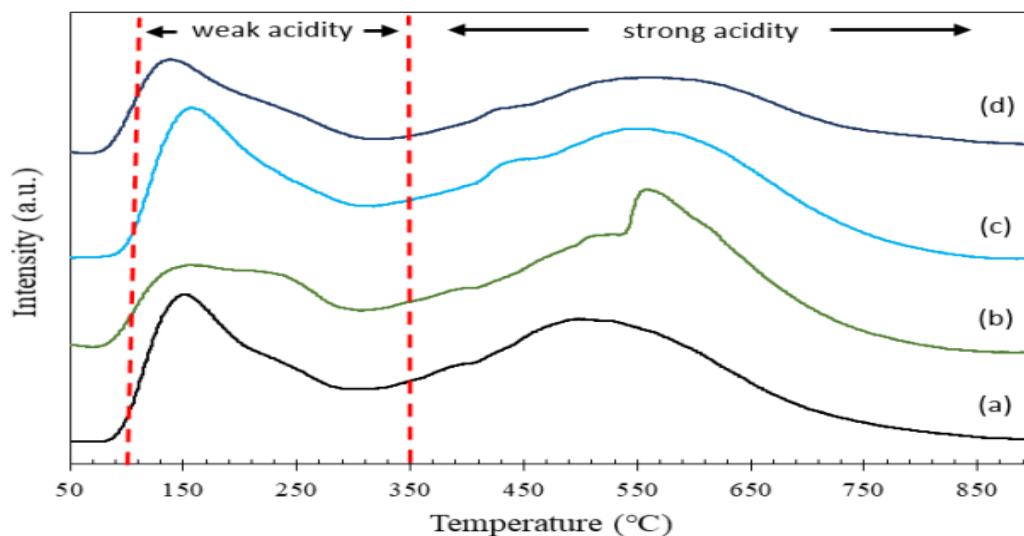
Gambar 6. Spektra FTIR dari Karbon Glukosa (ICG) dan katalis sulfonasi (Kefas et al., 2019).

Pada panjang gelombang  $1685\text{ cm}^{-1}$  and  $1596\text{ cm}^{-1}$  dari katalis hasil sulfonasi menunjukkan peregangan C=O dari gugus  $\text{-COOH}$  dan peregangan C=C yang

menunjukkan adanya cincin aromatik dari struktur karbon poliaromatik. Demikian pula pada karbon glukosa (ICG), pita serapan  $1694\text{ cm}^{-1}$  and  $1580\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya peregangan C=O dari gugus  $\text{-COOH}$  dan peregangan C=C dari struktur cincin aromatik. Namun, pada pita serapan  $1143\text{ cm}^{-1}$  and  $1023\text{ cm}^{-1}$  dari katalis hasil sulfonasi menunjukkan puncak kuat dari for O-S-O simetri dan asimetri. Hal ini menandakan adanya keberadaan gugus sulfnat ( $\text{-SO}_3\text{H}$ ) pada karbon (Kefas et al., 2019).

## **2. TPD (*Temperatur Programmed Desorption*) $\text{NH}_3$**

TPD (*Temperatur Programmed Desorption*)  $\text{NH}_3$  digunakan untuk menentukan kebasaan dan keasaman katalis (syazwani, 2019). Thermo Finnigan TPDRO (seri 1100) yang diprogram dengan desorpsi-amonia (TPD- $\text{NH}_3$ ) digunakan untuk menghitung jumlah total situs asam yang terdistribusi. Sekitar 0,05 g katalis dibersihkan dengan  $\text{N}_2$  selama 45 menit sebelum dilakukan penyerapan  $\text{NH}_3$  selama 1 jam. Sampel dalam sistem reaktor disiram sekali lagi dengan gas  $\text{N}_2$  untuk menghilangkan kelebihan  $\text{NH}_3$  selama 30 menit. Akhirnya, analisis katalis dilakukan dari  $50^\circ\text{C}$ - $950^\circ\text{C}$  pada tingkat pemanasan  $5^\circ\text{C min}^{-1}$  dengan helium sebagai gas pembawa (Farabi et al., 2019). Keasaman katalis teraktivasi diperoleh dengan menggunakan TPD- $\text{NH}_3$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. TPD-NH<sub>3</sub> dari (a) CG, (b) SCG-2, (c) SCG-5, dan (d) SCG-10 (Sangar, Syazwani, et al., 2019).

Puncak serapan tajam antara 100°C-350°C menunjukkan interaksi gugus fungsional -SO<sub>3</sub>H dan NH<sub>3</sub> yang menandakan pembentukan asam lemah. Selain itu, puncak luas diamati antara 500-700°C untuk semua katalis yang menunjukkan keberadaan situs asam kuat yang berhubungan dengan situs asam kuat pada struktur karbon. Kehadiran gugus -SO<sub>3</sub>H menunjukkan permukaan situs asam kuat sedangkan situs asam lemah terjadi karena gugus -OH lainnya yang melekat pada permukaan katalis. Kekuatan asam dan jumlah total situs asam pada katalis ditentukan dengan jumlah total NH<sub>3</sub> yang diserap, seperti pada Tabel 4.

Oleh karena itu, dengan meningkatkan waktu sulfonasi total keasaman dari katalis meningkat. Keasamaan total katalis berurut adalah 22615,72, 29808,23 dan 35117,14  $\mu\text{mol} / \text{g}$  untuk katalis SCG-(2), SCG-(5), dan SCG-(10). Menurut Tabel 4, dapat disimpulkan bahwa katalis SCG-(10), menunjukkan situs asam tinggi dengan desorpsi NH<sub>3</sub> yang kuat pada 564°C yang menunjukkan kepadatan asam yang kuat.



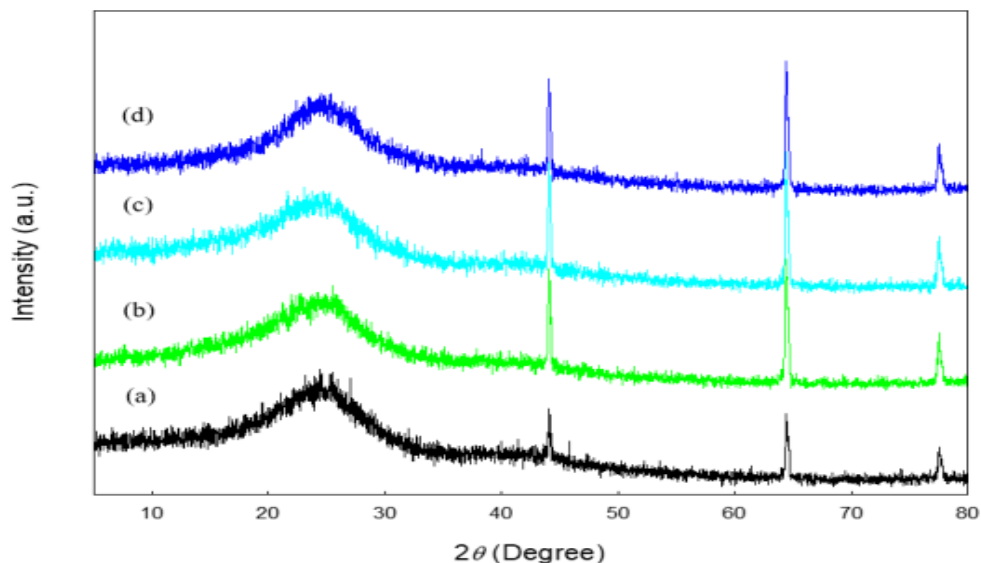
Tabel 4. Total situs asam katalis

| <b>Katalis</b> | <b>Total asam<br/>(<math>\mu\text{mol/g}</math>)</b> |
|----------------|------------------------------------------------------|
| <b>CG</b>      | 20459.74                                             |
| <b>SCG(2)</b>  | 22615.72                                             |
| <b>SCG(5)</b>  | 29803.23                                             |
| <b>SCG(10)</b> | 35117.14                                             |

(Sangar, Syazwani, et al., 2019).

### 3. XRD (*x-ray diffraction*)

XRD adalah teknik berdasarkan hamburan sinar-X oleh elektron dari atom penyusun kristal. Ketika sinar X-ray menimpa permukaan dari bahan kristal pada sudut  $\theta$ , sebagian kecil yang tersebar oleh atom di permukaan, dan fraksi yang tidak tersebar dari sinar X-ray mencapai atom dalam struktur kristal di kemudian sebagian fraksi tersebar (Majuste et al., 2013). Struktur kristal katalis serbuk dianalisis menggunakan XRD (Shimadzu, XRD 6000) dengan rentang pindaian theta ( $\theta$ ) dari  $2^\circ$  hingga  $60^\circ$  dan panjang gelombang ( $\lambda$ )  $1,54 \text{ \AA}$  pada suhu tertentu (Farabi et al., 2019). Pola XRD untuk karbon glyserol (CG) dan katalis hasil sulfonasi karbon glyserol SCG-(2), SCG-(5), dan SCG-(10) dapat dilihat pada gambar 8.



Gambar 8. Pola XRD dari (a) CG, (b) SCG-2, (c) SCG-5, dan (d) SCG-10 (Sangar, Syazwani, et al., 2019).

Semua katalis menunjukkan pola difraksi serupa pada bidang (0 0 2) dengan puncak luas pada  $2\theta=20^\circ$ . Hal ini menunjukkan adanya puncak amorf dari struktur karbon aromatik polisiklik yang masih banyak senyawa organik. Selain itu, ada beberapa puncak difraksi tajam yang diamati antara  $2\theta=40-80^\circ$ . Menariknya, semua katalis memiliki puncak karbonil sulfida (COS) yang serupa muncul pada  $2\theta = 44.10^\circ$ ,  $64.40^\circ$ , dan  $77.60^\circ$  dengan struktur grafit (Sangar, Syazwani, et al., 2019).

#### F. Sifat-Sifat Fisika Biodiesel

Secara umum menurut (Atabani et al., 2012) karakteristik sifat fisika biodiesel adalah sebagai berikut:

##### 1. Densitas

Densitas merupakan sifat fisik yang berkaitan dengan nilai kalori dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel per satuan volume bahan bakar. Makin ringan

bahan bakar semakin rendah pula massa jenisnya dan sebaliknya makin berat bahan bakar semakin tinggi masa jenisnya. Dari sebagian besar penelitian karakteristik biodiesel yang dihasilkan berada dalam rentang standar yang ditetapkan. Biodiesel dengan massa jenis  $860 \text{ kg/m}^3$  dapat menghasilkan pembakaran yang sempurna. Apabila Biodiesel memiliki massa jenis melebihi ketentuan akan menghasilkan reaksi pembakaran tidak sempurna.

## **2. Bilangan asam**

Bilangan asam merupakan jumlah dari asam lemak bebas yang terkandung dalam suatu sampel bahan bakar. Asam lemak bebas adalah suatu asam mono karboksilat jenuh atau tak jenuh yang terbentuk secara alami dalam suatu lemak atau minyak. Jumlah asam lemak yang tinggi menyebabkan tingginyabilangan asam. Dari data bilangan asam yang diperoleh dari suatu biodiesel dapat diketahui persen konversi biodiesel yang dihasilkan dari minyak yang digunakan dalam pembuatan biodiesel tersebut. Apabila bilangan asam dalam suatu bahan bakar melebihi standar yang sudah ditetapkan, maka dapat menyebabkan korosi pada suatu mesin (Atabani et al.,2012)

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### A. KESIMPULAN

Adapun yang menjadi kesimpulan pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Katalis asam padat dari karbon biji alpukat tersulfonasi. Sifat fisiokimia dari katalis karbon tersulfonasi dengan FTIR pada karbon sesudah sulfonasi terdapat pita serapan pada panjang gelombang 1100-1200  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan  $\text{SO}_3\text{H}$ . Analisa TPD katalis menunjukkan sifat asam yang kuat ditandai munculnya puncak di suhu 500-900°C dengan memiliki jumlah situs asam sebesar 15822.10780  $\mu\text{mol/g}$ . Sedangkan pada XRD terdapat puncak melebar pada  $2\theta$  20-35 yang menunjukkan struktur amorf pada karbon setelah sulfonasi.
2. Rasio metanol terhadap PFAD yang optimum pada sampel BC dan BCR dalam pembuatan biodiesel 9:1 dengan persen konversi BC 76,4% dan BCR 49,9%.
3. Sifat-sifat fisika biodiesel seperti densitas dan bilangan asam sesuai standar biodiesel dari PFAD (SNI EB 020551).
4. *Reusability* katalis karbon tersulfonasi mengalami penurunan stabilitas pada densitas, bilangan asam dan persen konversi yang dihasilkan.

#### B. SARAN

Penelitian ini katalis asam padat tersulfonasi yang telah di *reusability* mengalami leaching dan pencucian kurang sempurna. Sehingga diharapkan penelitian selanjutnya lebih diperhatikan lagi.

## REFERENSI

- 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>
- 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>
- Bureros, G. M. A., Tanjay, A. A., Cuizon, D. E. S., Go, A. W., Cabatingan, L. K., Agapay, R. C., & Ju, Y. H. (2019). Cacao shell-derived solid acid catalyst for esterification of oleic acid with methanol. *Renewable Energy*, 489–501. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.01.082>
- Chel-Guerrero, Luis et al. 2016. “Some Physicochemical and Rheological Properties of Starch Isolated from Avocado Seeds.” *International Journal of Biological Macromolecules* 86: 302–8. <https://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.01.052>.
- Colombo, R., & Papetti, A. (2019). Avocado (*Persea americana* Mill.) by-products and their impact: from bioactive compounds to biomass energy and sorbent material for removing contaminants. A review. *International Journal of Food Science and Technology*, 54(4), 943–951. <https://doi.org/10.1111/ijfs.14143>
- Fan, M., Si, Z., Sun, W., & Zhang, P. (2019). Sulfonated ZrO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> nanorods as efficient solid acid catalysts for heterogeneous esterification of palmitic acid. *Fuel*, 252(February), 254–261. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.04.121>
- Fang, F. G. (2011). Biodiesel Production with Solid Catalysts. *Feedstocks and Processing Technologies*, 339–358.
- 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>

- 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>
- Guerrero F.A.F., Romero, G.R., & Sierra, F.S. (2011). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil, *Biodiesel - Feedstocks and Processing Technologies*, ISBN: 978-953-307-713-0
- 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(May), 480–491. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.05.022>
- Julius, M. M. (2015). *Optimizing Conditions For Preparing Activated Carbon From*. (November).
- 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(2019), 102993
- 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>
- Lamba, R., Sarkar, S., & Kumar, S. (2018). Solid acid catalyst supported synthesis and fuel properties of ethyl decanoate. *Fuel*, 222(July 2017), 98–104. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.02.131>
- Li, J., & Liang, X. (2017). Magnetic solid acid catalyst for biodiesel synthesis from waste oil. *Energy Conversion and Management*, 141, 126–132. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.06.072>
- Liu, D., Yuan, P., Liu, H., Cai, J., Tan, D., He, H., Chen, T. (2013). Quantitative characterization of the solid acidity of montmorillonite using combined FTIR and TPD based on the NH<sub>3</sub> adsorption system. *Applied Clay Science*, 80–81, 407–412. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.07.006>
- Lokman, I. M., Rashid, U., & Taufiq-yap, Y. H. (2015). Production of Biodiesel from Palm Fatty Acid Distillate using Sulfonated- SC. *Cjche*, 81, 347–354. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2015.07.028>
- 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>
- Majuste, D., V.S.T. Ciminelli, P.J. Eng, & K. Osseo-Asare. (2013). Applications of in situ synchrotron XRD in hydrometallurgy: Literature review and investigation of chalcopryrite dissolution. *Hydrometallurgy*, 131-132, 56-57.
- 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>
- Miao, Z., Li, Z., Liu, D., Zhao, J., Chou, L., Zhou, J., & Zhuo, S. (2018). An efficient ordered mesoporous molybdate-zirconium oxophosphate solid acid catalyst with homogeneously dispersed active sites: Synthesis, characterization and application. *Journal of Colloid and Interface Science*, 526, 145–157. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2018.04.107>
- 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>
- Obidzinski, K., Andriani, R., Komarudin, H., & Andrianto, A. (2012). Environmental and social impacts of oil palm plantations and their implications for biofuel production in Indonesia. *Ecology and Society*, 17(1). <https://doi.org/10.5751/ES-04775-170125>
- 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(February), 1306–1315. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.06.073>
- Sangar, S. K., Syazwani, O. N., Farabi, M. S. A., Razali, S. M., Shobhana, G., Teo, S. H., & Taufiq-Yap, Y. H. (2019). Effective biodiesel synthesis from palm fatty acid distillate (PFAD) using carbon-based solid acid catalyst derived glycerol. In *Renewable Energy*. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.04.118>

- Sintia, A., Sanjaya, H., Nasra, E., & Umar Kalmar, N. (2020). Optimasi massa katalis karbon biji alpukat (*Persea americana*) tersulfonasi dalam produksi biodiesel dari PFAD (*palm fatty acid distillate*). *Unpublished*.
- Syazwani, O. N., Rashid, U., Mastuli, M. S., & Taufiq-Yap, Y. H. (2019). Esterification of palm fatty acid distillate (PFAD) to biodiesel using Bi-functional catalyst synthesized from waste angel wing shell (*Cyrtopleura costata*). *Renewable Energy*, 131, 187–196. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.07.031>
- Talha, N. S., & Sulaiman, S. (2016). Overview of catalysts in biodiesel production. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(1), 439–442.
- 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, 10(3), 5691–5708
- Zhang, Q., Wei, F., Zhang, Y., Wei, F., Ma, P., Zheng, W., Chen, H. (2017). Biodiesel production by catalytic esterification of oleic acid over copper (II)–alginate complexes. *Journal of Oleo Science*, 66(5), 491–497. <https://doi.org/10.5650/jos.ess16211>
- Zhou, Y., Noshadi, I., Ding, H., Liu, J., Parnas, R. S., Clearfield, A.,... Sun, L. (2018). Solid acid catalyst based on single-layer  $\alpha$ -Zirconium phosphate nanosheets for biodiesel production via esterification. *Catalysts*, 8(1). <https://doi.org/10.3390/catal8010017>
- Zhu, Y., Praveen, K., Sanjay B. Shah. Jay J. Cheng, P.K. Lim. (2016). Avocado seed-derived activated carbon for mitigation of aqueous ammonium. *Industrial Crops and Products*, 92, 34-41