

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON DAUN
SERAI (*Cympogon citratus*) TERSULFONASI UNTUK
PRODUKSI BODIESEL DARI *PALM FATTY ACID*
*DISTILLATE***



**SYILLA NURVIDAYAH
NIM/TM. 18036042/2018**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON DAUN
SERAI (*Cymbopogon citratus*) TERSULFONASI UNTUK
PRODUKSI BIODIESEL DARI *PALM FATTY ACID*
*DISTILLATE***

SKRIPSI

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



**Oleh:
SYILLA NURVIDAYAH
NIM/TM. 18036042/2018**

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

PERSETUJUAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON DAUN SERAI (*Cymbopogon citratus*) TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI BIODIESEL DARI *PALM FATTY ACID* *DESTILATE*

Nama : Syilla Nurvidayah
NIM : 18036042
Program Studi : Kimia (NK)
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Juni 2022

Mengetahui:
Kepala Departemen

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing



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



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

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

Nama : Syilla Nurvidayah
NIM : 18036042
Program Studi : Kimia (NK)
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON DAUN SERAI (*Cympogon citratus*) TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI BODIESEL DARI *PALM FATTY ACID* *DESTILATE*

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

Padang, Juni 2022

Tim Penguji

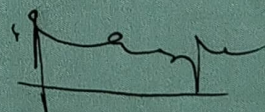
Nama

Tanda tangan

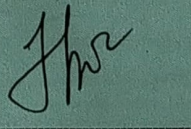
Ketua : Umar Kalmar Nizar, S.Si., M.Si., Ph.D



Anggota : Edi Nasra, S.Si., M.Si



Anggota : Hary Sanjaya S.Si., M.Si



SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

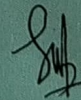
Nama : Syilla Nurvidayah
NIM : 18036042
Tempat/Tanggal lahir : Padang/ 18 September 2000
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Sintesis dan Karakterisasi Katalis Karbon Daun Serai (*Cymbopogon citratus*) Tersulfonasi untuk Produksi Biodiesel dari *Palm Fatty Acid Destilate***

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



Syilla Nurvidayah
NIM : 18036042

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS KARBON DAUN SERAI
(*Cympogon citratus*) TERSULFONASI UNTUK PRODUKSI
BIODIESEL DARI PALM FATTY ACID DISTILLATE**

Sylla Nurvidayah

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sifat fisikokimia dan aktivitas katalitik katalis karbon daun serai tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari PFAD. Katalis ini disintesis melalui proses kalsinasi dan sulfonasi dengan H_2SO_4 p.a 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 FTIR yang diperoleh dari katalis karbon daun serai tersulfonasi, pita serapan pada bilangan gelombang $1037\text{-}1185\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus SO_3H yang membuktikan bahwa gugus sulfonat berhasil disubstitusi ke permukaan karbon daun serai. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa struktur katalis karbon daun serai tersulfonasi cenderung amorf yang diindikasikan pada puncak difraksi sinar-X $2\theta = 20^\circ\text{-}30^\circ$. Hasil penelitian menunjukkan bahwa jumlah situs asam $\text{KSDS-350} > \text{KSDS-300} > \text{KSDS-250}$. Berdasarkan hasil uji fisikokimia katalis biodiesel, KSDS-350 menunjukkan aktivitas katalitik optimum dengan persen konversi FFA menjadi FAME sebesar 74,33%.

Kata Kunci : Sintesis, Katalis Karbon Tersulfonasi, Daun Serai, Biodiesel, PFAD

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF LEMONGRASS LEAF
CARBON CATALYST (*Cymbopogon citratus*) IS SULFONATED FOR THE
PRODUCTION OF BIODIESEL FROM PALM FATTY ACID
DISTILLATE**

Syilla Nurvidayah

ABSTRAK

This study aims to study the physicochemical properties and catalytic activity of carbon catalysts of sulfonated lemongrass leaves for the production of biodiesel from PFAD. This catalyst was synthesized through a process of calcination and sulfonation with H₂SO₄ p.a then continued characterization using FTIR, XRD, and acid site assays. The catalyst is then applied in the manufacture of biodiesel through an esterification reaction between PFAD and methanol. The resulting biodiesel is tested for its physicochemical properties in the form of tests of density, flow rate, acid number, and percent conversion. Based on the FTIR obtained from the carbon catalyst of sulphonated lemongrass leaves, the absorption band at wave number 1037-1185 cm⁻¹ indicates the presence of a –SO₃H group which proves that the sulfonate group was successfully substituted to the carbon surface of lemongrass leaves. Characterization with XRD suggests that the carbon catalyst structure of sulfonated lemongrass leaves tends to be amorphous indicated at the peak of X-ray diffraction $2\theta = 20^{\circ}$ - 30° . The results showed that the number of acid sites KSDS-350 > KSDS-300 > KSDS-250. Based on the results of the physicochemical test of biodiesel catalysts, KSDS-350 showed optimum catalytic activity with a percent conversion of FFA to FAME of 74.33

Keywords : Synthesis, Sulfonated Carbon Catalyst, Lemongrass Leaf, Biodiesel, Palm Fatty Acid Distillate

KATA PENGANTAR

Penulis ucapkan puji syukur kepada Allah SWT, yang telah memberikan kekuatan, rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal. Penelitian ini berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Katalis Karbon Daun (*Cymbogon citratus*) Tersulfonasi untuk Produksi Biodiesel dari *Palm Fatty Acid Distillate*.”** Shalawat beserta salam untuk nabi tauladan kita, yakni nabi Muhammad SAW, yang memberi tauladan dalam aktivitas kita.

Proposal penelitian 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 proposal penelitiandari berbagai ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan dan masukan pihak. Untuk ini pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih yang tulus kepada:

1. Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku Panasehat Akademik dan Pembimbing Tugas Akhir yang memberikan bimbingan serta arahan selama proses pengerjaan hingga selesainya tugas akhir ini.
2. Bapak Edi Nasra S.Si., M.Si dan Hary Sanjaya S.Si., M.Si selaku Tim Pembahasan yang telah bersedia menjadi pembahas pada 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 skripsi ini dapat diselesaikan.

5. Teman-teman kimia tahun 2018 yang telah memberikan masukan dan saran serta semangat sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.

6. semua pihak yang terkait yang turut berkontribusi dalam skripsi ini.

Untuk kesempurnaan proposal dan penelitian yang akan dilakukan penulis, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari berbagai pihak. Atas masukan dan saran telah diberikan penulis mengucapkan terimakasih.

Padang, juni 2022

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
ABSTRAK.....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah.....	4
C. Batasan Masalah	4
D. Rumusan Masalah.....	5
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Biodiesel dari <i>Palm Fatty Acid Destillate</i> (PFAD)	7
B. Katalis Karbon Tersulfonasi.....	10
C. Daun Serai (<i>Cymbopogon citratus</i>)	13
D. Karakterisasi Katalis Karbon Tersulfonasi	15
F. Sifat-sifat Biodiesel	17

BAB III METODE PENELITIAN.....	20
A. Waktu dan Tempat Penelitian	20
B. Objek Penelitian.....	20
C. Variabel Penelitian.....	20
D. Alat dan Bahan	21
E. Prosedur Kerja	21
F. Teknik Analisis Data	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
A. Spekta FTIR Karbon dan Katalis Daun Serai	28
B. Pola Difraktogram XRD Karbon dan Katalis Daun Serai	31
C. Situs Asam Karbon dan Katalis Daun Serai.....	32
D. Uji Sifat Biodiesel.....	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	46
A. Kesimpulan.....	46
B. Saran	46
DAFTAR PUSTAKA.....	47
LAMPIRAN.....	52

DAFTAR TABEL

Tabel 1 Penelitian Produksi Biodiesel dari PFAD	9
Tabel 2 Penelitian katalis karbon tersulfonasi	12
Tabel 3 Penelitian Karbon dari Daun Serai	14
Tabel 4 SNI Biodiesel	18
Tabel 5 Kode Sampel yang di sintesis	22
Tabel 6 Situs Asam Karbon Daun Serai.....	33
Tabel 7 Situs Asam Tim Katalis Karbon Tersulfonasi.....	34
Tabel 8 Data Situs Asam (<i>Recycle</i>).....	35
Tabel 9 Data Uji Densitas PFAD dan Biodiesel	36
Tabel 10 Data Uji Laju Alir Biodiesel	37
Tabel 11 Data Bilangan Asam Biodiesel.....	38
Tabel 12 Data Bahan Baku Pembuatan Biodiesel.....	40
Tabel 13 Data Uji Densitas (<i>Recycle</i>)	40
Tabel 14 Data Uji Laju Alir Biodiesel (<i>Recycle</i>)	42
Tabel 15 Data Bilangan Asam Biodiesel (<i>Recycle</i>)	43
Tabel 16 Uji Biodiesel Tim Karbon Tersulfonasi.....	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Persamaan Reaksi Esterifikasi	7
Gambar 2 Persamaan Reaksi Transesterifikasi	8
Gambar 3 Mekanisme Esterifikasi	8
Gambar 4 Jenis-jenis katalis	10
Gambar 5 Daun Serai	13
Gambar 6 Spektrum FT-IR untuk MKSB dan MKSB-SO ₃ H.....	16
Gambar 7 Pola XRD karbon tersulfonasi	17
Gambar 8 Daun Serai setelah di kalsinasi	28
Gambar 9 Spektra FTIR Daun Serai dan Karbon Daun Serai (KDS)	29
Gambar 10 Spektra FTIR Katalis Karbon Daun Serai Tersulfonasi	30
Gambar 11 Pola Difraktogram XRD Karbon dan Katalis Karbon Daun Serai	31
Gambar 12 Uji Situs Asam Karbon Daun Serai Sebelum dan Sesudah Sulfonasi ...	33
Gambar 13 Situs Asam Katalis Karbon Daun Serai	35
Gambar 14 Densitas PFAD dan Biodiesel.....	36
Gambar 15 Laju Alir PFAD dan Biodiesel.....	38
Gambar 16 Bilangan Asam PFAD dan Biodiesel	39
Gambar 17 Persen Konversi Biodiesel.....	40
Gambar 18 Densitas PFAD dan Biodiesel (Katalis Recycle).....	41
Gambar 19 Laju alir PFAD dan Biodiesel (Katalis Recycle)	42
Gambar 20 Bilangan Asam PFAD dan Biodiesel	43
Gambar 21 Persen Konversi Biodiesel KSDS dan Biodiesel (R) KSDS	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	52
Lampiran 2. Perhitungan Bilangan Penyabunan dan Mr PFAD	59
Lampiran 3. Situs Asam Karbon Daun Serai Sebelum dan Sesudah Sulfonasi	59
Lampiran 4. Perhitungan Bahan Baku Pembuatan Biodiesel	61
Lampiran 5. Data dan Perhitungan Uji Densitas Biodiesel.....	62
Lampiran 6. Data dan Perhitungan Uji Laju Alir Biodiesel.....	63
Lampiran 7. Data dan Perhitungan Uji Bilangan Asam Biodiesel	64
Lampiran 8. Perhitungan Persen Konversi Biodiesel	65
Lampiran 9. Data Bahan Baku Pembuatan Biodiesel (Recycle Katalis)	66
Lampiran 10. Data dan Perhitungan Situs Asam Katalis (Recycle Katalis)	66
Lampiran 11. Data dan Perhitungan Uji Densitas Biodiesel (Recycle Katalis)....	67
Lampiran 12. Data dan Perhitungan Uji Laju Alir Biodiesel (Recycle Katalis).....	68
Lampiran 13. Data dan Perhitungan Uji Bilangan Asam Biodiesel (Recycle)	69
Lampiran 14. Perhitungan Persen Konversi Biodiesel (Recycle)	71
Lampiran 15. FTIR dan XRD Katalis Karbon Daun Serai Tersulfonasi	71
Lampiran 16. Dokumentasi Kegiatan	76

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Meningkatnya populasi dan pertumbuhan ekonomi dunia yang cepat menyebabkan meningkatnya konsumsi bahan bakar. Saat ini, dunia sangat bergantung pada minyak bumi sebagai sumber bahan bakar utama. Mengingat cadangan minyak mentah terbatas dan kebutuhan akan minyak bumi meningkat, maka diperlukan sumber energi alternatif yang bersifat terbarukan atau berkelanjutan. Upaya untuk menemukan sumber energi alternatif diperkuat oleh kondisi harga minyak yang cenderung meningkat, kenaikan harga bahan bakar minyak bersubsidi dan ketidakpastian kesediaannya telah mendorong minat terhadap bahan bakar terbarukan tersebut (Alcántara-Carmona et al., 2021).

Di Indonesia turut berpartisipasi dalam upaya menemukan sumber energi terbarukan. Hal ini didorong oleh defisit migas yang dialami Indonesia. Salah satu sumber energi terbarukan yang dikembangkan di Indonesia adalah biodiesel. Biodiesel adalah ester mono alkil dari asam lemak rantai panjang, juga dikenal sebagai metil ester asam lemak (FAME), diproduksi melalui esterifikasi dan transesterifikasi dengan adanya katalis asam atau basa dengan alkohol rantai pendek (Ibrahim et al., 2020). Reaksi transesterifikasi berlangsung antara trigliserida dengan alkohol sedangkan esterifikasi berlangsung antara asam lemak bebas dengan alkohol.

Produksi biodiesel pada mulanya membutuhkan biaya yang relatif mahal sehingga menjadi kendala komersialisasi. Hal ini disebabkan bahan baku

yang digunakan berasal dari minyak murni atau minyak goreng kemasan seperti minyak sawit, minyak biji matahari dan minyak jagung. Bahan baku minyak ini memiliki kandungan utama trigliserida dan katalis yang digunakan umumnya berasal dari katalis basa cair maupun basa padat, baik yang komersial maupun hasil sintesis. Sebagai alternatif untuk mengurangi biaya produksi maka diupayakan mencari sumber bahan baku dan katalis yang berasal dari limbah organik. Salah satu limbah organik yang potensial yang digunakan untuk sumber biodiesel adalah minyak bekas gorengan dan PFAD. Penggunaan minyak jelantah memerlukan persiapan awal yaitu penyaringan dan pemurnian. Oleh karena itu penggunaan PFAD relatif lebih sederhana dapat digunakan langsung dalam reaksi (Lokman et al., 2015).

PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) merupakan limbah hasil pengolahan minyak sawit yang berfasa padat. Limbah ini mengandung asam lemak bebas yang tinggi (>85%) sehingga berpotensi dikembangkan sebagai sumber biodiesel melalui reaksi esterifikasi. Ibrahim et al., 2020 telah melaporkan esterifikasi PFAD menggunakan karbon tongkol jagung tersulfonasi pada suhu 70°C selama 2 jam diperoleh konversi 92% FFA dan hasil dari 85% FAME. (Farabi et al., 2019) telah melaporkan esterifikasi PFAD menggunakan katalis cangkang sawit tersulfonasi pada suhu 65°C selama 1 jam diperoleh konversi 97% FFA dan 95% hasil dari FAME. (Sangar, Lan, et al., 2019) telah melaporkan esterifikasi PFAD menggunakan kotoran sapi tersulfonasi pada suhu 90°C selama 1 jam diperoleh 96,5% dari konversi FFA dan 93,2% hasil dari FAME.

Konversi PFAD menjadi biodiesel berlangsung dalam reaksi esterifikasi. Reaksi ini secara luas digunakan dalam produksi biodiesel yang mulanya dikatalis

dengan katalis homogen seperti HCl dan H₂SO₄ yang bersifat korosif dan merusak pada mesin jika pemurnian produk tidak maksimal (Roy et al., 2021). Penggunaan katalis asam padat (katalis heterogen) dalam reaksi esterifikasi menjadi alternatif pengganti asam cair. Salah satu katalis asam padat yang menjadi topik penelitian dalam bidang akademik adalah katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi. Sumber karbon dapat berasal dari limbah organik yang berasal dari rumah tangga, restoran dan pasar yang mengandung selulosa, pati, flavonoid dan asam amino (Oladeji et al., 2019). Cao et al., 2021 melaporkan karbon sargassum horneri tersulfonasi sebagai katalis dan digunakan untuk produksi biodiesel dalam reaksi esterifikasi. Katalis disintesis pada suhu 300°C selama 2 jam dan sulfonasi selama 5 jam, dengan kerapatan asam pada katalis mencapai 1,40 mmol/g. Dibawah kondisi reaksi optimal (katalis 10%, rasio molar asam oleat dan metanol 15:1, suhu reaksi 70°C dan waktu reaksi 3 jam). Diperoleh konversi asam oleat 96,4%.

Tanaman serai merupakan salah satu tanaman yang terdapat di daerah tropis. Bagian batang tanaman ini lebih banyak dimanfaatkan dalam rumah tangga, industri makanan dan obat-obatan. Daun serai tidak terlalu banyak dimanfaatkan dan bahkan cenderung terbuang sebagai limbah organik. Daun serai mengandung hemiselulosa, selulosa, lignoselulosa, flavonoid, senyawa fenolik, terpenoid, dan minyak atsiri sehingga dapat digunakan sebagai karbon (Cantoia Júnior et al., 2020).

Berdasarkan penjelasan diatas maka akan dilakukan sintesis katalis karbon dari daun serai tersulfonasi. Sulfonasi dilakukan menggunakan H₂SO₄ dan katalis karbon tersulfonasi akan dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, dan penentuan situs

asam serta diaplikasikan dalam produksi biodiesel dari PFAD. Daun serai di karbonisasi melalui kalsinasi Biodiesel yang diperoleh akan dilakukan uji densitas, laju alir, bilangan asam, dan persen konversinya.

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 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. Daun serai mengandung hemiselulosa yang berpotensi digunakan sebagai sumber karbon dalam katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel.

C. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian adalah sebagai berikut:

1. Katalis karbon daun serai 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 daun serai tersulfonasi menggunakan alat instrumen FTIR, XRD, dan penentuan situs asam.
3. Aplikasi katalis karbon daun serai 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 daun serai yang disintesis dengan metode kalsinasi dan sulfonasi menggunakan H_2SO_4 ?
2. Bagaimana sifat-sifat biodiesel yang diperoleh melalui reaksi esterifikasi antara PFAD dan methanol dengan menggunakan katalis karbon daun serai tersulfonasi?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari sifat fisikokimia dari katalis karbon daun serai yang telah disintesis dengan metode kalsinasi dan sulfonasi menggunakan H_2SO_4 .
2. Mempelajari beberapa sifat-sifat biodiesel yang diperoleh melalui reaksi esterifikasi antara PFAD dan metanol dengan menggunakan katalis karbon daun serai tersulfonasi.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

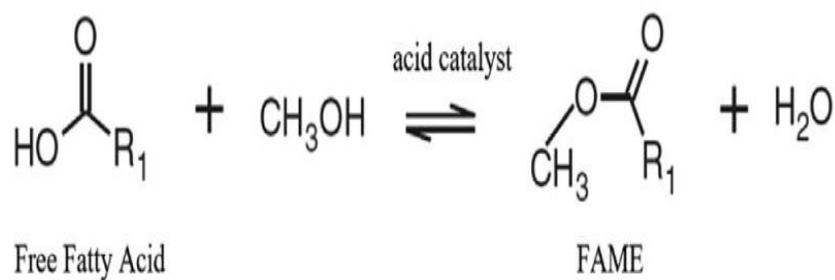
1. Memberikan informasi mengenai sifat fisikokimia dari katalis karbon daun serai yang telah disintesis dengan metode kalsinasi dan sulfonasi menggunakan H_2SO_4 .
2. Memberikan informasi mengenai beberapa sifat-sifat biodiesel yang diperoleh melalui reaksi esterifikasi antara PFAD dan metanol dengan menggunakan katalis karbon daun serai tersulfonasi.

BAB II

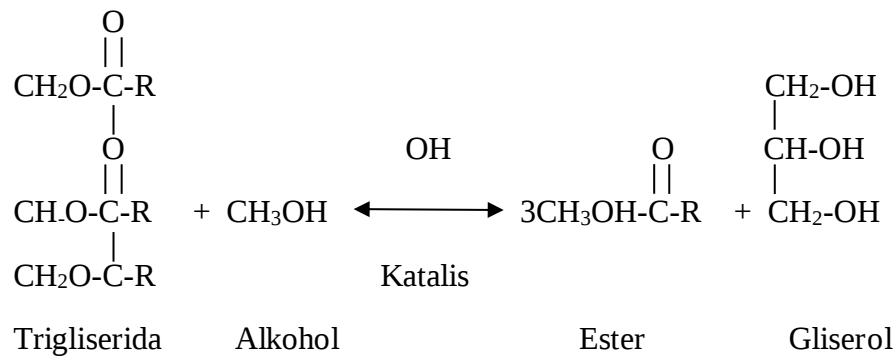
TINJAUAN PUSTAKA

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

Sintesis biodiesel dimulai oleh Radulf Diesel pada tahun 1900, dimana minyak kacang tanah telah diujicobakan pada mesin pengapian. Sayangnya, penggunaan langsung minyak nabati pada mesin diesel memicuberbagai masalah karena karakteristiknya seperti viskositas tinggi, deposit karbon tinggi, volatilitas rendah, memberi pembakaran tidak sempurna dan titik nyala. Dengan permasalahan tersebut, berbagai teknik terus dikembangkan dan ditingkatkan untuk mengatasi masalah ini, berbagai metoda digunakan seperti pengenceran, pirolisis, transesterifikasi dan mikroemulsifikasi untuk transformasi lemak hewani atau minyak nabati menjadi biodiesel. Dari semua metoda tersebut, proses transesterifikasi adalah metode yang menghasilkan biodiesel berkualitas tinggi (Zailan et al., 2021).

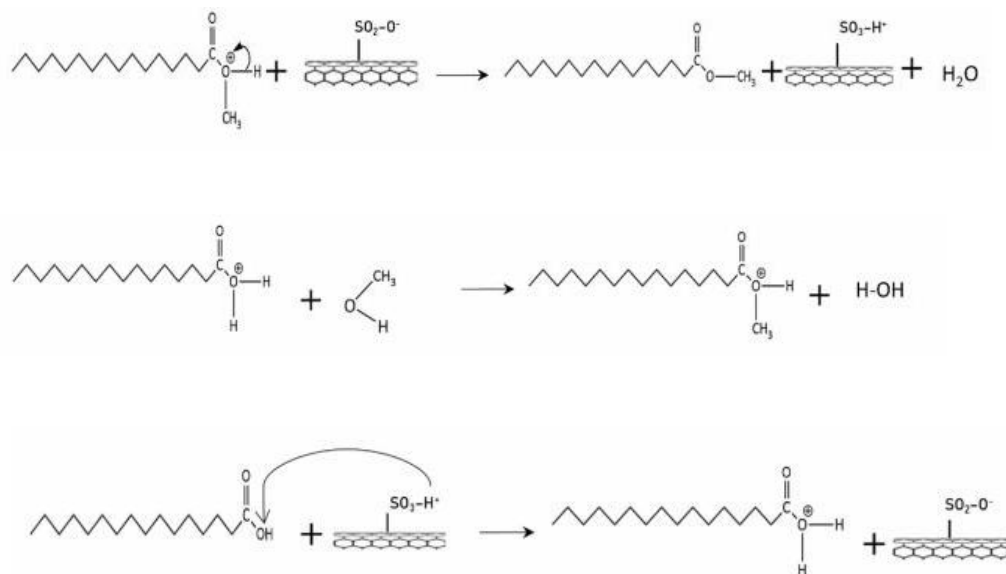


Gambar 1 Persamaan Reaksi Esterifikasi (Sangar, Syazwani, et al., 2019)



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

Reaksi esterifikasi menggunakan bahan baku yang mengandung *Free Fatty Acid* (FFA) yang tinggi seperti PFAD. Reaksi esterifikasi relative lebih ekonomis dibandingkan dengan reaksi transesterifikasi karena menggunakan bahan baku katalis yang dapat disintesis dari limbah organik kearifan lokal. Berikut adalah mekanisme reaksi esterifikasi.



Gambar 3 Mekanisme Esterifikasi (Macawile et al., 2020)

Beberapa penelitian esterifikasi PFAD yang telah dilaporkan tertera dalam table berikut.

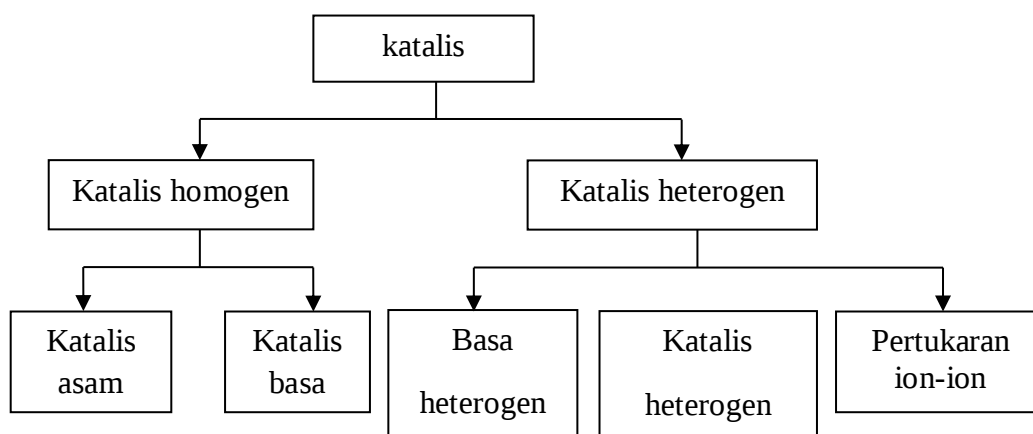
Tabel 1 Penelitian Produksi Biodiesel dari PFAD

No.	Katalis yang Digunakan	Metoda esterifikasi	Hasil Penelitian	Referensi
1.	Katalis karbon tongkol jagung tersulfonasi	10 gram PFAD, katalis 3%, metanol terhadap PFAD (15:1), suhu 70°C selama 2 jam	Esterifikasi PFAD menggunakan katalis karbon tongkol jagung tersulfonasi diperoleh konversi 92% FFA dan 85%	(Ibrahim et al., 2020)
2.	Katalis kotoran sapi tersulfonasi	10 gram PFAD katalis 4% dari PFAD, metanol terhadap PFAD (18:1) dengan suhu reaksi 90°C selama 1 jam.	Katalis karbon kotoran sapi tersulfonasi berhasil mengesterifikasi PFAD dengan mencapai 96,5% konvensi FFA dan FAME 93,2%	(Sangar, Syazwani, et al., 2019)
3.	Katalis asam padat dari cangkang sayap malaikat/ <i>Angel Wing Shell</i> (AWS)	5 gram PFAD, ratio molar metanol: PFAD (15:1), katalis 5% dengan suhu reaksi 80°C dalam waktu 3 jam	Konversi FAME yang diperoleh dari esterifikasi PFAD menggunakan <i>Angel Wing Shell</i> (AWS) adalah 98%.	(Syazwani et al., 2019)
4.	Katalis asam padat (NiSO_4)/ SiO_2 dari sekam padi	3 gram PFAD, perbandingan metanol terhadap PFAD (5:1), katalis 15%, pada suhu 110°C selama 7 jam.	Esterifikasi PFAD dengan katalis $\text{NiSO}_4/\text{SiO}_2$ memberikan konversi metil ester tertinggi yaitu 93%.	(Embong et al., 2021)

No.	Katalis yang digunakan	Metoda esterifikasi	Hasil penelitian	Referensi
5.	Katalis karbon cangkang kelapa sawit dan bambu tersulfonasi	5 gram PFAD, rasio metanol terhadap PFAD, katalis 4% dengan suhu 65°C selama 1 jam.	Katalis karbon kelapa sawit menghasilkan konversi 97% dan 95% dari hasil FEME sedangkan katalis karbon bambu menghasilkan konversi 95,8 % dan 94,2 hasil dari FEME.	(Farabi et al., 2019)

B. Katalis Karbon Tersulfonasi

Katalis adalah suatu zat yang dapat meningkatkan laju reaksi (Awogbemi et al., 2021). Katalis pada dasarnya klasifikasi homogen atau heterogen. Heterogen memiliki sisi positif dari yang sederhana partisi dan penggunaan kembali. Katalis heterogen menggantikan katalis homogen karena hampatan dalam katalis pemisahan dan pembuatan limbah. (Nasreen et al., 2018).



Gambar 4 Jenis-jenis katalis (Nasreen et al., 2018)

Katalis karbon tersulfonasi adalah katalis yang disintesis melalui proses kalsinasi dan sulfonasi. Karena stabilitas termal dan sifat mekanisnya katalis asam padat berbasis karbon tersulfonasi dianggap sebagai katalis yang ideal untuk banyak reaksi (Lokman et al., 2015)

1. Katalis Homogen

Katalis homogen basa adalah katalis yang paling banyak digunakan untuk produksi biodiesel industri. Ini karena laju reaksi yang tinggi proses yang dikatalisis oleh katalis ini. Beberapa contoh basis katalis adalah natrium hidroksida, kalium hidroksida, natrium metoksida dan kalium metoksida. Katalis basa relatif mahal dan rawan menghasilkan sabun. Katalis homogen asam digunakan untuk proses sebelum transesterifikasi untuk mengurangi kandungan FFA dari bahan baku (Mohiddin et al., 2021)

2. katalis heterogen

Katalis heterogen sangat menarik para peneliti karena potensinya dalam menghemat bahan kimia dan konsumsi waktu. Ini bisa dicapai melalui kemudahan pemisahan antara katalis dan produk akhir karena selektivitasnya yang tinggi. Katalis heterogen juga tidak korosif dan dapat digunakan kembali. Katalis ini kurang rentan terhadap air dan FFA dibandingkan dengan katalis homogen. Beberapa contoh katalis heterogen dasar adalah CaO , CaTiO_3 , CaZrO_3 , CaMnO_3 , $\text{KOH/Al}_2\text{O}_3$ (Mohiddin et al., 2021), dan katalis karbon tersulfonasi. Katalis karbon tersulfonasi dapat disintesis dengan memanfaatkan limbah organik seperti kulit durian, kulit ubi kayu, daun serai dan lain-lain. Beberapa penelitian yang dilaporkan mengenai sintesis karbon tersulfonasi tertera dalam tabel berikut.

Tabel 2 Penelitian katalis karbon tersulfonasi

No.	Sumber karbon	Metoda	Aplikasi	Hasil	Referensi
1.	<i>Sargassum horneri</i>	Karbonisasi pada suhu 300°C selama 2 jam dan sulfonasi selama 5 jam dengan kerapatan katalis mencapai 1,40 mmol/g	Katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel	Di peroleh asam oleat 96,4% dari sintesis katalis heterogen berbasis karbon yang mengkatalisis esterifikasi asam oleat dengan metanol	(Cao et al., 2021)
2.	Limbah kulit jeruk	- Pada suhu 180°C dilakukan karbonisasi dan aktivasi dengan aktivator KOH selama 6 jam. - Sulfonasi dengan H₂SO₄ selama 24 jam pada suhu 200°C dalam reaktor berlapis teflon.	Pada produksi biodiesel sebagai katalis karbon tersulfonasi dari CAO (<i>Corn Acid Oil</i>) dan metanol	Pada kondisi reaksi optimum menggunakan <i>Box-Behnken Design</i> (BBD) dengan konsentrasi katalis 5%, CAO dan metanol yaitu 1:19,95 selama 274 menit.	(Lathiya et al., 2018)
3.	Batu bara bitumen	- Karbonisasi selama 2 jam pada suhu 350°C. - Sulfonasi dengan H₂SO₄ selama 4 jam pada suhu 95°C.	Katalis karbon tersulfonasi dari asam oleat dan metanol untuk produksi biodiesel.	Sintesis katalis asam hidrogen berbasis karbon mengkatalisis esterifikasi asam oleat dengan metanol diperoleh biodiesel 98,70%.	(Tang et al., 2019)

No.	Sumber karbon	Metoda	Aplikasi	Hasil	Referensi
4.	<i>Undaria Pinnatifida</i>	- Karbonisasi pirolisis selama 1 jam dengan suhu 1000°C. - Karbonisasi	Katalis asam padat dalam esterifikasi asam asetat dan etanol.	Undaria pinnatifida sebagai katalis asam padat menunjukkan 82% kinerja katalitik paling tinggi dalam katalis	(Balasubramania m et al., 2021)
5.	Bungkil biji Sawit	- Kalsinasi selama 2 jam pada suhu 400°C. - Sulfonasi dengan asam sulfat selama 12 jam pada suhu 150°C.	Katalis karbon tersulfonasi untuk produksi biodiesel dari PFAD	Katalis karbon bingkil biji sawit tersulfonasi berhasil mengkatalisis esterifikasi PFAD dengan metano diperoleh konversi biodiesel sebesar 97,8% dan 98,2% FFA.	(Akinfala bi et al., 2017)

C. Daun Serai (*Cymbopogon citratus*)



Gambar 5 Daun Serai (Saravana Kumar et al., 2020)

Daun serai merupakan tanaman daerah asli tropis dan subtropis yang mengandung hemiselulosa tinggi 58% dari komposisi aslinya, selulosa, lignoselulosa, flavonoid, senyawa fenolik, terpenoid dan minyak atsiri (Cantoia

Júnior et al., 2020). Daun serai , *Cymbopogon citratus* adalah genus dari sekitar 55 spesies rumput. Itu diperkenalkan ke Asia Selatan sejak zaman prakolonial dan ke Amerika Selatan, Amerika Tengah dan Madagaskar setelah perang dunia I. *Cymbopogon citratus* diketahui sebagai serai dapur, di Malaysia dan Indonesia. (Ahmad et al., 2020). Penggunaanya dalam pengobatan tradisional dapat menyembuhkan diabetes, depresi, malaria dan pneumonia. Secara industri serai digunakan sebagai aditif, insektisida, pengawet makanan dan masakan (Oladeji et al., 2019).

Tabel 3 Penelitian Karbon dari Daun Serai

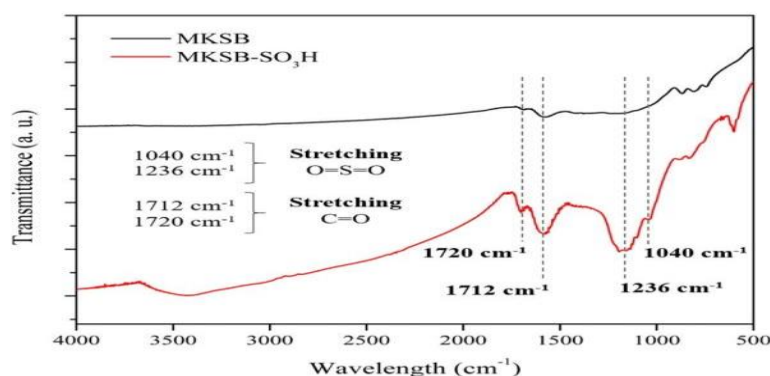
No.	Aktivator	Metode sintesis	Aplikasi	Referensi
1.	NaOH	- Metoda aktivasi, serai dikeringkan pada suhu 105°C selama 24 jam. - Karbonisasi pada suhu 700°C di bawah atmosfer nitrogen selama 1 jam (pirolisis pertama). - Pirolisis kedua pada suhu 180°C selama 2 jam. - Karakterisasi karbon aktif menggunakan FTIR.	Adsorben untuk menghilangkan pewarna dari air limbah.	(Ahmad et al., 2019)

2.	NaOH	- Metoda aktivasi dimana dikeringkan dan dirawat selama 2 jam pada $85\pm 5^{\circ}\text{C}$ dengan larutan berair NaOH 10%. Rasio serai dengan NaOH 1 gram:25ml. - Pengovenan semalaman pada suhu 60°C. - Karakterisasi menggunakan <i>scanning electron microscopy</i> (SEM).	Biosorben berbasis selulosa dari daun serai dikombinasikan dengan selulosa asetat untuk adsorpsi kristal violet.	(Putri et al., 2020)
3.	NaOH	- Metode aktivasi. Daun serai dikeringkan pada suhu 378K selama 24 jam kemudian pirolis pertama pada suhu 973,15K selama 1 jam dan di oven pada suhu 373,15K selama 12 jam serta pirolisis kedua pada suhu 1073,15K. - Karakterisasi menggunakan SEM.	Adsorben untuk pewarna sintesis	(Ahmad et al., 2020)

D. Karakterisasi Katalis Karbon Tersulfonasi

1. FT-IR (*Fourier Transform Infrared*)

FTIR digunakan untuk menyelidiki gugus fungsi aktif dalam katalis (Sangar, Syazwani, et al., 2019). Spektroskopi ini berfungsi untuk menentukan gugus fungsi yang ada dalam katalis menggunakan spektrometer merk shimadzu, model IRPrestige-21, dengan pelet (KBr) di kisaran 4000 hingga 400 cm^{-1} . Analisis termogravimetri katalis dilakukan pada peralatan merk shimadzu, model DTG-60H, dan dilakukan pada kisaran suhu $25\text{--}1000^{\circ}\text{C}$ dengan aliran $50\text{ ml min}^{-1}\text{ N}_2$ di pt. Katalis yang digunakan adalah karbon kulit kernel murumuru biochar (MKSB).



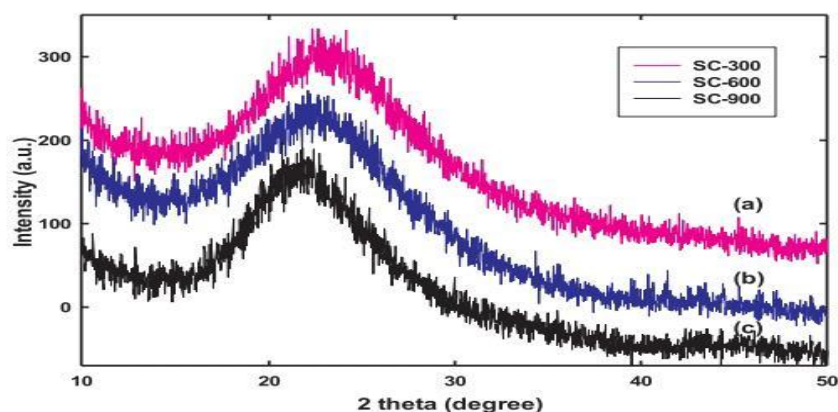
Gambar 6 Spektrum FT-IR untuk MKSB dan MKSB-SO₃H

Gambar 3 menunjukkan spektrum FT-IR untuk MKSB dan MKSB-SO₃H. Spektrum bahan tersulfonasi menunjukkan fitur peregangan karakteristik untuk biochar tersulfonasi. Panjang gelombang dari 1040-1236 cm⁻¹, khas dari pita O=S=O hadir. Pita getaran kuat di 1040 cm⁻¹ mengacu -SO₂ peregangan simetris dan pita 1236 cm⁻¹ menunjukkan -SO₂ regangan asimetris menunjukkan adanya gugus -SO₃H yang terikat secara kovalen dengan kerangka karbon, menyoroti keberhasilan penyisipan sulfonat kelompok selama fungsionalisasi dalam persiapan katalis. Selain itu, intensitas regangan C=O pada 1712 dan 1720 cm⁻¹ dilipatan, karena oksidasi parsial C-O menjadi C=O pada gugus -COOH. Menunjukkan sulfonasi mendukung pembentukan gugus karboksilat pada permukaan material karena penggunaan asam sulfat pekat, yang merupakan oksidator kuat (Bastos et al., 2020).

2. XRD (*X-Ray Diffraction*)

Difraksi sinar-X (XRD) dicapai untuk menentukan adsorben struktur menggunakan difraktometer serbuk PANalitik pada 30 kV, 20 mA dan radiasi Cu

$K\alpha$ ($\lambda = 0,1541$ nm) dan pemindaian pada kecepatan 4° min^{-1} pada rentang dari 5° hingga 80° (Dowais et al., 2021).



Gambar 7 Pola XRD karbon tersulfonasi (a) SC-300, (b) SC-600 dan (c) SC-900 (Azhagapillai et al., 2020)

Pola XRD sudut dari bahan karbon tersulfonasi yang ditunjukkan pada gambar diatas. Menunjukkan tidak adanya puncak yang tajam untuk ketiga sampel. Tidak adanya puncak kristal, menegaskan bahwa bahan memiliki struktur amorf. Pola XRD menunjukkan satu puncak difraksi lebar yang lemah pada 2θ 10-30°, yang dapat dikaitkan digunakan untuk (002) bidang karbon amorf yang terdiri dari aromatik lembaran karbon. Diketahui bahwa formasi itu disebabkan oleh karbonisasi hidrotermal sukrosa dalam air (Azhagapillai et al., 2020).

F. Sifat-sifat Biodiesel

Beberapa sifat yang terkait dengan biodiesel termasuk viskositas tinggi, densitas tinggi, titik tuang tinggi, dan angka Cetana (CN) yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak solar yang dihasilkan dari bahan bakar fosil. Meskipun biodiesel menjadi sumber bahan bakar alternatif yang disukai, beberapa kekurangannya termasuk kinerja mesin yang lebih rendah, kepadatan dan

viskositas yang lebih tinggi karena adanya asam lemak rantai panjang, dan emisi nitrogen oksida ion yang di sebabkan masalah seperti tersedak injektor yang berdampak besar pada efesiensi mesin dan daya tahannya (Kipkorir et al., 2021).

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 kinematic pada 40°C	SNI 7182:2015	2,3-6,0	mm ² /s (cSt)
3.	Angka Asam	SNI 7182:2015	0,4	%massa, maks
4.	Abu tersulfatkan	SNI 7182:2015	0,24	%massa , maks
5.	Kadar ester metil	SNI 7182:2015	96,5	% massa, min

1. Densitas

Densitas merupakan perbandingan massa persatuan waktu. Bahan bakar berdensitas tinggi mengandung lebih banyak massa dibandingkan dengan bahan bakar berdensitas rendah. Oleh karena itu, jumlah energy dan rasio udara-bahan bakar diruang bakar dipengaruhi oleh banyak elemen seperti metil ester, propil, jenis bahan baku, dan proses produksi biodiesel. Kisaran densitas untuk produk biodiesel yang dihasilkan dari bahan baku dari generasi berbeda terletak dari 832 kg/m³ hingga 982 kg/m³. Bahan bakar cair pirolisis memiliki lebih banyak kepadatan sekitar 980 kg/m³ dari bahan bakar metil ester sebagai perbandingan untuk biodiesel minyak bumi memiliki kepadatan lebih. Peningkatan bio presentase solar dalam campuran bahan bakar meningkatkan densitas campuran. Densitas FAME dipengaruhi oleh derajat ketidakjenuhan (Singh et al., 2019).

2. Viskositas

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

3. Bilangan Asam

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

Densitas, viskositas, nilai kalor, dan titik nyala campuran biner biodiesel dari minyak yang berbeda dan solar telah diselidiki dan persamaan umum, serta model, telah digunakan untuk memperkirakan bahan bakar campuran sifat untuk memodifikasi karakteristik fisik biodiesel (Yahagi et al., 2019).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

1. Katalis karbon tersulfonasi dapat disintesis dari daun serai untuk produksi dari PFAD. Sifat fisikokimia katalis karbon daun serai tersulfonasi berdasarkan analisis FTIR menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang 1037-1185 cm^{-1} yang membuktikan bahwa gugus sulfonat berhasil disubstitusi ke permukaan karbon. Pada uji situs asam menunjukkan bahwa katalis yang memiliki situs asam tertinggi adalah KSDS-350 sebesar 0,07 mmol.g^{-1} . Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa struktur katalis cenderung amorf dan struktur karbon daun serai yang cenderung grafit.
2. Aktivitas katalitik optimum dari penelitian ini adalah KSDS-350 yang mampu mengkonversi FFA menjadi FAME sebesar 74,33%. Katalis ini mengalami penurunan aktivitas katalitik setelah digunakan kembali (recycle) dalam pembuatan biodiesel dengan persen konversi 63,92%.

B. Saran

Pada penelitian selanjutnya disarankan untuk menggunakan aliran nitrogen pada proses karbonisasi sebagai upaya untuk menghasilkan katalis karbon yang lebih baik. Pada karakteriasi disarankan juga untuk menggunakan instrument yang lain seperti SEM dan TPD-NH₃

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M. A., Ahmed, N. ‘Adilah, Adesina Adegoke, K., & Bello, O. S. (2020). Trapping synthetic dye molecules using modified lemon grass adsorbent. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 0(0), 1–15. <https://doi.org/10.1080/01932691.2020.1844016>
- Ahmad, M. A., Ahmed, N. B., Adegoke, K. A., & Bello, O. S. (2019). Sorption studies of methyl red dye removal using lemon grass (*Cymbopogon citratus*). *Chemical Data Collections*, 22, 100249. <https://doi.org/10.1016/j.cdc.2019.100249>
- 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>
- Alcántara-Carmona, A., López-Giménez, F. J., & Dorado, M. P. (2022). Compatibility studies between an indirect injection diesel injector and biodiesel with different composition: Stationary tests. *Fuel*, 307. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.121788>
- Awogbemi, O., Kallon, D. V. Von, & Aigbodion, V. S. (2021). Trends in the development and utilization of agricultural wastes as heterogeneous catalyst for biodiesel production. *Journal of the Energy Institute*, 98(May), 244–258. <https://doi.org/10.1016/j.joei.2021.06.017>
- Azhagapillai, P., Vijayanathan Pillai, V., Al Shoaibi, A., & Chandrasekar, S. (2020). Selective adsorption of benzene, toluene, and m-xylene on sulfonated carbons. *Fuel*, 280(May), 118667. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118667>
- 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(March). <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(December 2019), 112457. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.112457>
- Cantoia Júnior, R., Capucho, E., Garcia, T. M., Del Valle, T. A., Campana, M., Zilio, E. M. C., Azevedo, E. B., & Morais, J. P. G. (2020). Lemongrass essential oil in sugarcane silage: Fermentative profile, losses, chemical composition, and aerobic stability. *Animal Feed Science and Technology*, 260(December). <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2019.114371>
- 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.