Journal Pharmasci (Journal of Pharmacy and Science)
Vol.6, No. 2, (Juli 2021), P-ISSN : 2527-6328, E-ISSN : 2549-3558

Artikel Penelitian

Kajian Sintesis Katalis Asam Padat dari Limbah Sabut Siwalan (*Borassus flabellifer L.)* dengan Metode Sulfonasi

Yuni Kurniati[1*)], Fandi Angga Prasetya[1], Fathur Iqbal Hanafi[1], Nugroho Muchamad Taufik[1], Djamilah Arifiyana[2]

[1]Departemen Teknik Kimia, Universitas Internasional Semen Indonesia
[2]DIII Farmasi, Akademi Farmasi Surabaya
[*)] E-mail: (yuni.kurniati@uisi.ac.id)

ABSTRAK

Sabut siwalan termasuk limbah pertanian yang mengandung komponen selulosa serta kandungan karbohidrat yang cukup tinggi. Sabut siwalan cukup potensial untuk dijadikan substrat dalam memproduksi katalis. Katalis asam merupakan salah satu jenis katalis yang berperan penting dalam proses kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh dari perbandingan massa optimum karbon-KOH dalam proses sintesis karbon berbasis arang sabut siwalan sehingga menghasilkan karbon dengan karakteristik yang paling optimal, dan suhu kalsinasi yang optimum sebagai proses aktivasi fisika pada sintesis karbon berbasis arang sabut siwalan, serta menentukan waktu sulfonasi yang optimum dalam menghasilkan katalis asam. Terdapat 2 variabel yang digunakan pada penelitian ini, ini terdiri dari 2 yaitu temperatur dan waktu sulfonasi. Metode pembuatan karbon dilakukan dengan cara kalsinasi untuk menguraikan sumber karbon sehingga terbentuk komposit sesuai dengan suhu yang telah divariabelkan. Setelah terbentuk komposit karbon-KOH, kemudian dilakukan sulfonasi menggunakan asam sulfat pekat. Langkah terakhir yaitu melakukan tahapan esterifikasi. Proses pada penelitian ini melibatkan asam karboksilat yaitu WCO (*Waste Cooking Oil*) dan gugus alcohol yaitu methanol.

Kata Kunci : Karbon, Katalis, Sabut Siwalan, Sulfonasi

Study on Synthesis of Solid Acid Catalyst from *Borassus flabellifer L.* Waste with Sulfonation Method

ABSTRACT

Fiber of Borassus flabellifer L. includes agricultural wastes which containing lignocellulose components (hemicellulose and lignin) and high carbohydrate content. Siwalan coir fiber is quite potential to be used as a substrate in producing catalysts. Acid catalyst is one type of catalyst that as an important role in chemical process. This study aims to study the effect of the optimum mass ratio of carbon-KOH in the process of graphite synthesis based on siwalan charcoal so as to produce graphite with the most optimal characteristics, and optimum calcination temperature as a physical activation process in the synthesis of graphite based on siwalan coir fiber charcoal, and determine the time sulfonation which is optimum in producing acid catalysts There are 2 variables used in this study, temperature and sulfonation time. The method of making carbon is done by calcining to decompose the carbon source so that the composition is made according to what has been varied. After forming carbon-KOH composite, then sulfonation is carried out using sulfuric acid. The last step is to carry out the esterification step The process in this study discusses carboxylic acid, WCO (Cooking Oil Waste) and methanol (alcohol group).

Keywords: *Carbon, Catalyst, Siwalan Coir, Sulfonation.*

I. PENDAHULUAN

Buah siwalan (*Borassus flabellifer* L.) atau yang biasa dikenal juga dengan nama buah lontar atau tal merupakan tanaman berjenis palma yang tersebar hampir disetiap daerah di Indonesia. Tanaman siwalan banyak tumbuh pada daerah tropis dan dengan kondisi tanah yang kering. Di Indonesia khususnya di Jawa, buah siwalan banyak tumbuh di wilayah pesisir utara seperti Gresik, Lamongan, maupun Tuban. Siwalan juga dapat difungsikan sebagai tanaman konservasi air di area kering [1].

Selama ini, masyarakat menggunakan tanaman siwalan sebagai sumber mata pencaharian dengan memanfaatkan daging buahnya untuk dikonsumsi secara langsung, niranya untuk minuman, dan daunnya sebagai kemasan tradisional. Namun seiring dengan tingginya permintaan akan daging buah siwalan, maka

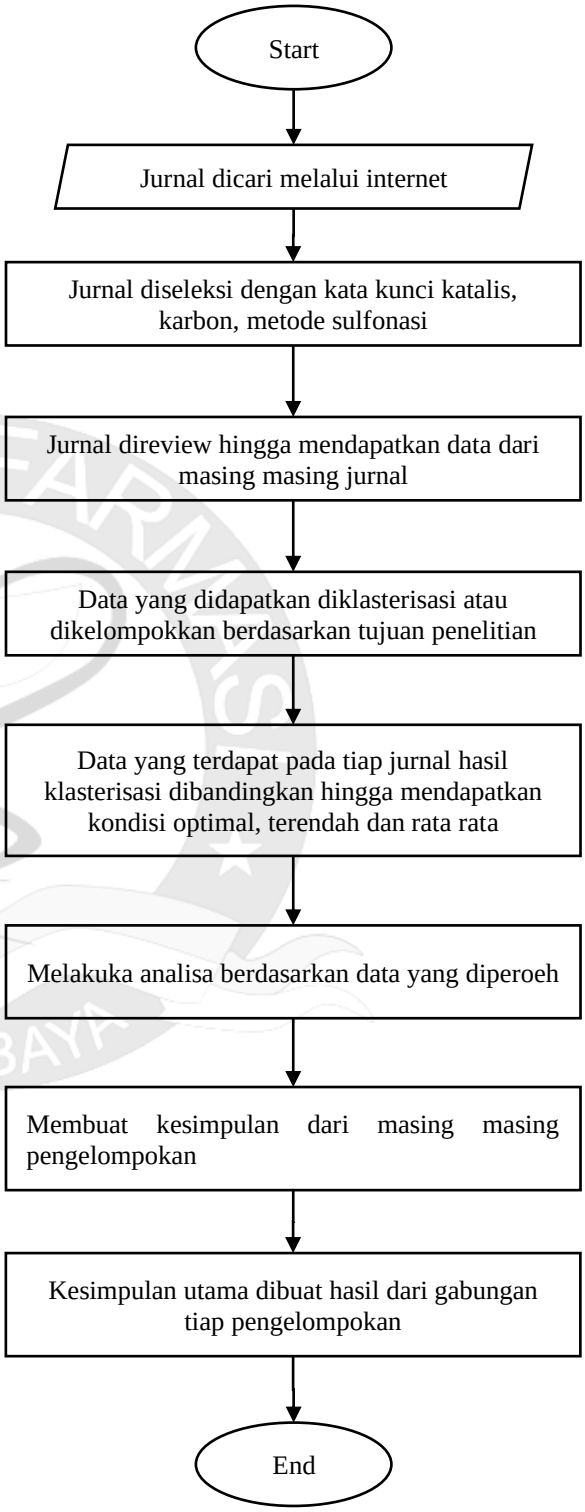
banyak sabut buah siwalan yang berakhir sebagai sampah organik. Walaupun Indonesia memiliki komoditi buah siwalan (*Borassus flabellifer*) yang cukup tinggi, tetapi sampai saat ini buah siwalan secara umum hanya dimanfaatkan daging buah dan niranya saja sebagai konsumsi di masyarakat. Akan tetapi bagian lain dari tanaman ini masih belum dimanfaatkan secara maksimal seperti contoh sabut buahnya yang hanya terbuang sia-sia. Sabut buah siwalan merupakan bahan buangan (limbah sabut siwalan) yang jumlahnya cukup banyak serta kurang termanfaatkan. Pada saat ini, sabut siwalan ini hanya dimanfaatkan sebagai bahan bakar pengganti kayu untuk memasak. Hal ini menyebabkan harga jual dari sabut siwalan ini sangat rendah.

Saat ini sabut siwalan sudah banyak dikembangkan menjadi suatu inovasi baru. Pada penelitian terdahulu, banyak penelitian terkait pemanfaatan limbah sabut siwalan yang digunakan sebagai karbon aktif sebagai adsorben untuk senyawa Pb^{2+}, rhodamin B, maupun warna limbah. Selain itu pemanfaatan karbon sendiri banyak digunakan sebagai adsorben, coating, baterai, dan yang sedang berkembang saat ini adalah sebagai katalis (mempercepat suatu reaksi) [2].

Salah satu upaya yang dapat dilakukan dalam memanfaatkan arang sabut siwalan adalah dengan mensintesis karbon dari bahan tersebut. Karbon adalah bahan organik yang dapat berasal dari bahan-bahan organik. Peran katalis pada suatu reaksi adalah untuk menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga laju reaksi akan meningkat. Tujuan akhir dari penelitian ini nantinya ialah didapatkan % konversi FFA (*Free Fatty Acid*) yang tinggi dari proses esterifikasi. Esterifikasi pada penelitian ini melibatkan asam karboksilat yaitu WCO (*Waste Cooking Oil*) dan gugus alkohol yaitu metanol. Tahapan esterifikasi bertujuan untuk menurunkan asam lemak bebas karena produksi biodiesel asam lemak bebasnya harus kecil dari 2% [3]. Faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi esterifikasi antara lain yaitu waktu reaksi, pengadukan, katalisator, temperatur reaksi, dan perbandingan reaktan [4]. Untuk mendapatkan hasil yang optimal dan dengan waktu reaksi yang singkat, maka dalam proses esterifikasi membutuhkan suatu katalis asam padat.

2. METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dengan kegiatan kajian literatur berupa penelitian terdahulu yang memiliki konsep yang sama yaitu sintesis katalis asam padat dari bahan silika-karbon berupa prroses sintesa sabut siwalan menjadi katalis serta melakukan berbagai macam pengujian. Secara umum, tahapan penelitian ini ditunjukkan dalam Gambar 1.

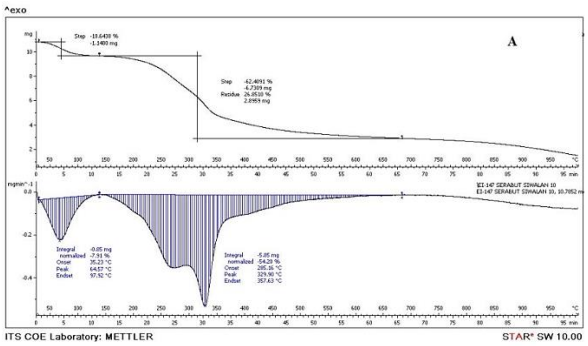


Gambar 1. Diagram Alir Kajian Pembuatan Katalis Asam Padat

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

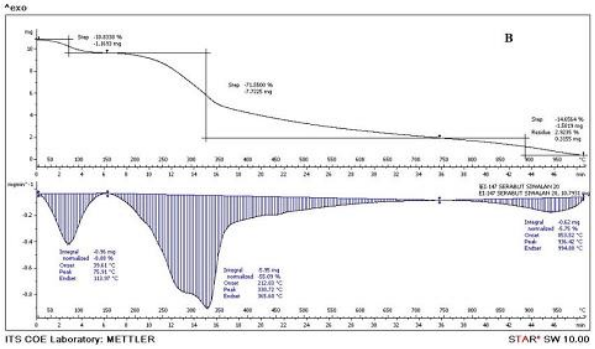
3.1. Hasil Uji Differential Scanning Calorimetry (DSC)/Thermogravimetric Analysis (TGA)

Bahan baku dari pembuatan katalis asam padat berupa sabut siwalan dilakukan tahap uji DSC/TGA.



Gambar 2. Hasil Karakterisasi DSC TGA pada Kondisi Operasi 10°C/menit dengan Kondisi Atmosfer [5]

Pengujian material dengan DSC TGA ini bertujuan untuk mengetahui stabilitas termal dari suatu material. Gambar 2 menunjukkan hasil uji DSC/TGA dari penelitian terdahulu yang digunakan sebagai acuan dalam penelitian pembuatan katalis asam padat dari sabut siwalan. Pada uji DSC/TGA dengan laju pemanasan 10°C dapat dilihat pada gambar 1 dimana terdapat degradasi massa pada suhu 25°C hingga 125°C. Penurunan massa tersebut terjadi karena adanya proses penguapan kadar air (dehidrasi) yang terkandung dalam sabut siwalan serta terbentuknya reaksi eksotermis atau pelepasan kalor. Pada tahap dehidrasi penguapan air pada sampel mengalami penurunan massa sebesar 10,64 wt%. Selanjutnya pada suhu 125°C – 160°C grafik yang terbentuk ialah mendatar. Hal ini terjadi karena pada suhu tersebut tidak mengalami dekomposisi material namun yang terjadi yakni reaksi endotermis atau proses penyerapan kalor. Terjadinya reaksi endotermis tersebut dapat terlihat pada gambar DSC yang diarsir warna biru mengalami penurunan pada rentang suhu tersebut. Kemudian pada rentang suhu 160°C hingga 690°C mengalami dekomposisi serta penghilangan impuritis yang cukup besar pada sabut siwalan yaitu sebesar 62,4%. Material yang terdekomposisi pada suhu tersebut yaitu hemiselulose, selulose dan lignin. Hal tersebut sesuai dengan pernyataan ahli yang menyatakan bahawa hemiselulosa terurai pada suhu 200°C-260°C, selulosa terurai pada suhu 240°C-350°C dan lignin terurai pada rentang temperatur yang lebih luas yaitu 280°C-500°C [6]. Selanjutnya terjadi reaksi endotermis atau penyerapan panas dengan ditandainya gambar DSC yang mengalami penurunan pada rentang suhu 690°C keatas dan pada suhu tersebut massa sampel cenderung tidak mengalami perubahan massa.



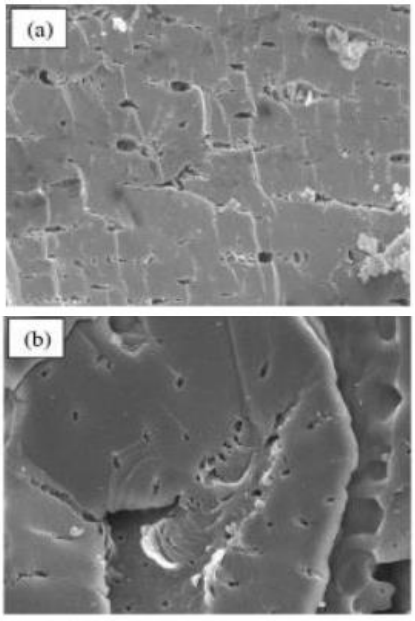
Gambar 3 Hasil Karakterisasi DSC TGA pada Kondisi Operasi 20°C/menit dengan Kondisi Atmosfer [5]

Pada uji DSC/TGA dengan laju pemanasan 20°C dapat dilihat pada Gambar 3 dimana terdapat 2 tahap degradasi. Untuk tahap dehidrasi (penguapan air) sama seperti Gambar 2 yaitu pada suhu 25°C hingga 125°C. Pada tahap dehidrasi penguapan air pada sampel mengalami penurunan massa sebesar 10,83wt%. Selanjutnya pada suhu 125°C–160°C grafik yang terbentuk ialah grafik mendatar yang dapat diartikan sebagai reaksi endotermis atau proses penyerapan kalor. Kemudian pada rentang suhu 160°C hingga 740°C mengalami dekomposisi pertama yang cukup besar pada sabut siwalan yaitu sebesar 71,55%. Kemudian pada rentang suhu 750°C hingga 1000°C mengalami dekomposisi kedua dengan pengurangan massa sebesar 14,56 wt% serta mengalami penghilangan impuritis. Dari perbandingan kedua laju pemanasan tersebut, dapat disimpulkan bahwa laju pemanasan 20°C/menit pada kondisi atmosfer lebih dipilih karena dapat mereduksi senyawa dekomposisi berikatan serta impuritis yang terdapat dalam bahan baku dengan lebih baik untuk mendapatkan produk katalis asam padat yang lebih optimal.

3.2. Perbandingan Hasil Uji Scanning Electron Microscope (SEM)

Dalam pembuatan katalis asam padat, penentuan dan pemilihan bahan baku sangat penting karena dapat mempengaruhi struktur serta sifat dari katalis asam padat. Sabut siwalan sendiri terdiri dari hemiselulosa, selulosa, lignin, dan abu (*ash*). Kadar abu yang dimilki dari sabut siwalan tergolong rendah yaitu <1% [7]. Kadar abu yang rendah tersebut sangat baik untuk mencegah gangguan adsorpsi pada karbon secara kompetitif serta reaksi yang tidak

optimal. Morfologi permukaan dari katalis karbon dari bahan tempurung kelapa dianalisis menggunakan analisis SEM Gambar 4. Kelapa merupakan tanaman satu family dengan siwalan yaitu termasuk dalam golongan "*palm fruit*". Berdasarkan penelitian Lans et al [8] yang menggunakan sabut siwalan sebagai arang aktif karena merupakan bahan yang mengandung unsur karbon dan berbentuk limbah seperti tempurung kelapa. Oleh karena itu, dari segi analisa SEM kami mengambil data dari penelitian cangkang kelapa. Gambar 4 menunjukkan gambar katalis turunan tempurung kelapa selama proses karbonisasi dan sulfonasi. Kehadiran pori-pori pada permukaan karbon menunjukkan bahwa sifat porositas tinggi karbon aktif pada karbonisasi pada 500°C seperti ditunjukkan pada Gambar 4 (a).



Gambar 4 Hasil Karakterisasi SEM dari tempurung kelapa : (a) Karbonisasi 500°C selama 8 jam; (b) Sulfonasi H_2SO_4 100°C selama 15 jam [9]

Dengan larutan H_2SO_4 pekat, distribusi pori dari katalis berkurang setelah kontak dengan zat sulfonasi kuat seperti yang diilustrasikan pada Gambar 4 (b). Dari hasil tersebut, ditemukan bahwa sulfonasi sangat mempengaruhi porositas katalis dari visual uji SEM. Hal ini dikarenakan adanya penyisipan gugus $-SO_3H$ dalam lembaran karbon yang dapat mengurangi luas permukaan katalis [10].

3.3. Perbandingan Metode Pembuatan Karbon Aktif

Proses aktivasi dari pembuatan katalis asam padat dilakukan dengan aktivasi secara kimia dan fisika. Proses secara kimia sendiri menggunakan larutan basa kuat KOH sedangkan aktivasi secara fisika dilakukan pada suhu 750°C. Proses aktivasi ini akan menyebabkan terjadinya perubahan pola gugus fungsi, peningkatan kristalinitas, pembukaan pori dan reduksi senyawa kimia. Semakin tinggi suhu aktivasi diikuti oleh peningkatan kristalinitas, diameter pori dan reduksi senyawa kimia arang aktif. Dengan adanya aktivasi ini akan menyebabkan luas permukaan dari katalis akan semakin besar. Dengan demikian pada tahapan sulfonasi (perendaman dengan H_2SO_4) akan mengakibatkan banyak gugus aktif sulfonat yang akan masuk ke pori-pori katalis, sehingga menjadikan katalis tersebut dapat bekerja secara optimal saat proses esterifikasi.

Untuk mendapatkan beberapa hasil yang optimum, maka akan dibandingkan hasil luas BET dari bahan cangkang kelapa dengan berbagai macam perbedaan proses, waktu, dan suhu yang digunakan. Kelapa sendiri merupakan tanaman satu family dengan siwalan yaitu termasuk dalam golongan "*palm fruit*". Oleh karena itu, dari segi analisa pembuatan karbon aktif kami mengambil data dari penelitian cangkang kelapa sebagai perbandingan, hal ini ditunjukkan pad tabel 1.

Dari tabel 1 dapat disimpulkan bahwa penggunaan tahapan karbonisasi dan aktivasi secara kimia dapat meningkatkan luas BET dari material. Pada jurnal Zhonghua [11] dilakukan 3 variabel pembuatan karbon aktif yaitu tanpa aktivasi secara kimia, aktivasi secara fisika, dan aktivassi secara keduanya. Hasil BET tertinggi didapatkan aktivasi secara keduanya yaitu 2451 m^2/g. Besarnya luasan pori tersebut dikarenakan penggunaan dua metode aktivasi sehingga pemecahan ikatan karbon dilakukan dengan pemanasan dan secara kimia dengan bantuan larutan KOH. Proses aktivasi merupakan suatu perlakuan terhadap arang yang bertujuan untuk memperbesar pori yaitu dengan cara memecahkan ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga arang mengalami perubahan sifat, baik fisika maupun kimia, yaitu luas permukaannya bertambah besar dan berpengaruh terhadap daya adsorpsi.

Dari tabel 1 ditunjukkan bahwa penggunaan metode aktivasi secara kimia dan fisika merupakan karbon aktif dengan luas permukaan terbesar yaitu sebesar 2825 m^2/g [12] dan 2451 m^2/g [11]. Namun kekurangan dari penggunaan kedua metode tersebut ialah dari segi waktu dan ekonomi karena menggunakan listrik dalam memanaskan serta menggunakan bahan alkali untuk aktivasi secara kimia.

Tabel 1. Perbandingan Aktivasi dalam Pembuatan Karbon Aktif dengan Bahan Cangkang Kelapa

Referensi	Metode				Hasil	
	Pre Treatment	Karbonisasi	Aktivasi	Kalsinasi	S.BET (m^2/g)	Adsorpsi
[12]	-	500 ºC; 2 jam; aliran N_2	NaOH : Karbon (3:1); 2 jam (Reaktor)	700ºC; 1,5 jam; aliran N_2 (Reaktor)	2825	MB (461,4 mg/g)
[11]	110ºC	-	KOH rasio massa (0,5-2 : 1)	400ºC (1 jam); lalu pirolisis 600-800 ºC (3jam); aliran nitrogen	1847	phenol (± 97,3%)
	110ºC	800 ºC; 2 jam; aliran nitrogen	-	-	16	-
	-	600 ºC	KOH rasio massa (0,25- 0,75 : 1)	800 ºC; 2 jam; aliran nitrogen	2451	phenol (386 mg/g); 4-chlorophenol (531 mg/g); 4-nitrophenol (573 mg/g)
[13]	-	300 ºC (30 menit)	800 C; aliran N_2 dan air (Reaktor) selama 1 jam	-	584	-
	-		nCl_2 rasio massa (1:1); 24 jam	550 C; 1 jam; aliran N_2 (Reaktor)	1223	-

Dari besarnya luas permukaan karbon aktif, akan digunakan sebagai adsorpsi limbah cair yang tidak diinginkan. Semakin besar luas permukaannya maka penyerapan limbah juga akan semakin besar pula karena masuk kedalam pori karbon aktif tersebut.

3.4. Perbandingan Metode Sulfonasi pada Pembuatan Katalis Asam Padat

Proses sulfonasi dari pembuatan katalis asam padat dilakukan dengan perendaman pada larutan H_2SO_4 (pekat) dengan variabel waktu dan suhu. Sulfonasi sendiri merupakan proses untuk menambahkan gugus aktif penusolfonasi seperti - SO_3H, H_2SO_4, oleum, persenyawaan SO_2, dan senyawa sulfoalkalasi ke dalam material karbon polisiklik. Zat-zat yang mengalami reaksi sulfonasi antara lain zat alifatik, seperti hidrokarbon jenuh, olefin, alkohol, selulosa, senyawa aromatis, naphtalen, antraquinon, dan lain sebagainya. Zat sulfonasi paling efisien adalah SO_3 karena hanya melibatkan satu reaksi adisi secara langsung [13]. Tahap sulfonasi dapat merusak struktur pori katalis sehingga luas permukaan katalis akan berkurang. Pori katalis yang besar akan mengakibatkan reaktan lebih mudah berdifusi ke bagian dalam katalis. Hal ini dapat menyebabkan kontak yang lebih intensif antara reaktan dengan pusat asam katalis dan katalis asam akan menghasilkan aktivitas yang lebih baik.

Dalam penelitian ini akan dipelajari mengenai pengaruh variabel suhu reaksi sulfonasi dan waktu sulfonasi terhadap luas permukaan katalis arang aktif. Sehingga akan diketahui kondisi operasi optimum pembuatan katalis asam padat. Selain itu tujuan utama dari variabel sulfonasi ialah %*yield* yang didapatkan.

Dalam penelitian ini akan membandingkan bahan baku dalam pembuatan katalis yaitu D-glukosa, ampas tebu, cangkang kelapa, dan abu sekam padi, ditunnjukkan dalam tabel 2.

Tabel 2 menunjukkan bahwa terdapat perbedaan dari segi proses pembuatan katalis, mulai dari suhu karbonasi, waktu karbonasi, pemakaian aktivasi, suhu sulfonasi, waktu sulfonasi, waktu reaksi, rasio molar sulfonasi, dan reaksi esterifikasi yangdigunakan. Hasil yang didapat dari perbandingan jurnal tersebut yaitu % yield konversi FFA (*Free Fatty Acid*) yaitu berada di atas 90%.

Perlakuan penelitian pun berdasarkan referensi beberapa jurnal sehingga hasil yang didapat tidak berbeda jauh seperti proses karbonasi yang hampir sama yaitu berada di suhu 400°C hingga menjadi karbon, aktivasi kimia dengan menggunakan larutan activator, dan sulfonasi dengan rentang suhu 100-200°C serta waktu sulfonasi antara 5-15 jam. Berdasarkan referensi, luas permukaan suatu katalis ialah tidak berpengaruh terhadap nilai dari %*yield* FFA.

Tabel 2. Perbandingan Metode Sulfonasi dari Berbagai Bahan dan Proses

Bahan	Referensi	Metode					Hasil	
		Pre-Treatment	Karbonisasi	Aktivasi	Sulfonasi	Esterifikasi	S.BET (m^2/g)	X FFA
D glukosa	[15]	-	400ºC; 12 jam; aliran N_2	5 gr karbon : 375 ml $(NH_4)2SO_4$	1 karbon : 25 H_2SO_4; 150ºC; 5 jam; N_2	PFAD	4,47	93,30%
Ampas Tebu	[16]		1 gr karbon : 20 ml H_2SO_4; suhu 120-200 ºC; selama 5-15 jam			WCO	-	-
		1,1 ampas : 10 deionisasi; 200ºC; 10 jam (R)	400-800ºC; 5 jam; aliran N2	-	1 karbon : 20 H_2SO_4; 120-200 ºC; 5-15 jam	WCO	-	94,40%
		Aktivasi : 1,1 ampas : 10 H_2SO_4 200ºC; 10 jam (R)	400-800ºC; 5 jam; aliran N_2	-	1 karbon : 20 H_2SO_4; 120-200 ºC; 5-15 jam	WCO		
Cangkang Kelapa	[17]	-	400-600ºC; 4- 8 jam; selama 2-6 jam; aliran N_2	-	10 karbon : 100 H2SO4; 50-150 ºC; 6-10 jam	PO	134,1925	94,36%
Abu Sekam Padi	[18]	-	Hingga menjadi abu	-	1 karbon : 10 H_2SO_4; 70-150 ºC; 0,25-4 jam	OA	4	98%

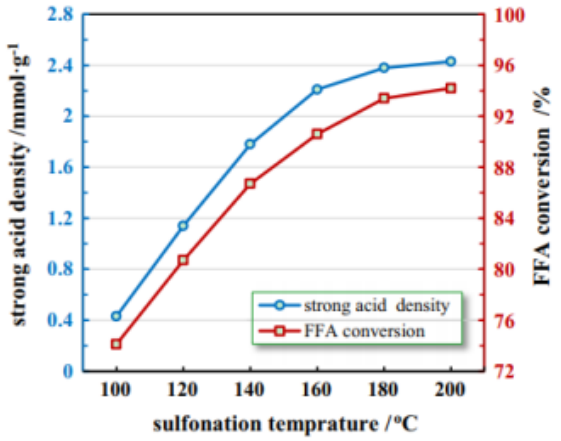
Pada jurnal Abdullah, et al [17]. dengan bahan baku cangkang kelapa untuk pembuatan katalis menunjukkan bahwa luas permukaan karbon aktif lebih besar dibanding setelah sulfonasi. Luasan yang didapat pada pembentukan karbon aktif yaitu 197,623 m^2/g, sedangkan luasan setelah sulfonasi yaitu berkurang menjadi 134,1925 m^2/g. Hal ini terjadi karena adanya penyisipan gugus sulfonate kedalam lembaran karbon tempurung kelapa dan dengan demikian mengurangi luas permukaan katalis. Hasil ini didukung oleh temuan sebelumnya oleh Dawodu et al. [18] dimana sulfonasi mengakibatkan pengurangan luas permukaan katalis turunan selulosa mikrokristalin. penyusutan struktur dan ikatan yang rusak adalah efek dari penetrasi gugus asam kuat pada permukaan katalis.

Apabila dibandingkan juga dari penelitian Li, et al. [18], Abdullah, et al. [17], dan Kefas, et al. [15], didapat luas permukaan yang berbeda-beda. Dimana luas permukaan dari Li, et al [18]. merupakan yang terkecil dengan 4 m^2/g, namun memiliki %konversi FFA tertinggi yaitu 98%.

3.5. Pengaruh Variabel Suhu terhadap Proses Sulfonasi

Pada tahap sulfonasi, salah satu tahap yang divariabelkan yaitu temperatur pemanasannya. Variabel temperatur yang digunakan pada penelitian ini yaitu berkisar antara 120, 160, dan 200°C. Penetapan temperatur tersebut berdasarkan penelitian terdahulu dalam pembuatan katalis asam padat. Temperatur sulfonasi mempengaruhi pengelompokan gugus asam sulfonat kedalam struktur berbasis karbon dan juga mempengaruhi aktivitas serta stabilitas dari asam dalam mengatalisasi pada proses esterifikasi. Suhu sulfonasi yang berlebihan akan

membawa efek samping negatif dengan menurunkan pemasukan gugus asam sulfonat dan mengurangi aktivitas katalis. Pemilihian rentang suhu sulfonasi juga harus berpacu pada sifat fisika dari larutan H_2SO_4 yaitu kurang dari 288°C. Karena titik didih dari H_2SO_4 yaitu berada di 288°C, jika berada di atas suhu tersebut maka larutan akan mudah menguap [19].



Gambar 5. Grafik Pengaruh Variabel Suhu pada Proses Sulfonasi [16]

Gambar 5 merupakan grafik pengaruh variabel suhu terhadap konversi FFA dan jumlah densitas asam pada pembuatan katalis dengan bahan baku ampas tebu. Suhu sulfonasi memiliki pengaruh besar pada kepadatan asam yang kuat dan aktivitas katalitik dari katalis. Seperti ditunjukkan pada gambar 5, ketika suhu sulfonasi meningkat dari 100 menjadi 200°C, densitas asam yang kuat dari katalis meningkat dari 0,43 menjadi 2,43 mmol/g, dan konversi FFA meningkat dari 74,1 menjadi 94,2%. Densitas asam yang kuat dari katalis berubah perlahan ketika suhu sulfonasi berada di atas 180°C. Dapat disimpulkan dari gambar grafik 4 bahwa peningkatan aktivitas katalitik berbanding lurus dengan desitas asam kuat, dan dalam penelitian ini, suhu sulfonasi optimum untuk reaksi ini adalah berada di 200°C [16].

3.6. Pengaruh Katalis Terhadap Proses Esterifikasi

Untuk mengetahui keefektifan dari suatu katalis, maka dilakukan analisis menggunakan reaksi esterifikasi. Reaksi esterifikasi WCO (*Waste Cooking Oil*) dengan methanol dipilih untuk menguji performa katalis. Esterifikasi merupakan reaksi langsung antara suatu asam karboksilat dan alkohol. Tahapan esterifikasi bertujuan untuk menurunkan asam lemak bebas karena produksi biodiesel asam lemak bebasnya harus kecil dari 2% [3]. Untuk mendapatkan hasil yang optimal dan dengan waktu reaksi yang singkat, maka dalam proses esterifikasi membutuhkan suatu katalis asam padat. Untuk katalis asam yang paling baik adalah asam sulfat (katalis homogen). Tetapi katalis asam menyisakan masalah pada saat biodiesel digunakan sebagai bahan bakar karena bersifat korosif. Oleh karena itu penggunaan katalis asam padat (katalis heterogen) sangat optimal digunakan karena mudah dipisahkan dan dapat digunakan Kembali (*recycle*).

Gugus karboksilat yang digunakan pada penelitian ini yaitu menggunakan WCO (*Waste Cooking Oil*). biodisel dibuat dari limbah pertanian dan minyak nabati bekas (*Waste Cooking Oil*, WCO). Limbah dan WCO cukup realistis untuk dijadikan sebagai bahan baku biodiesel karena biaya bahan baku menjadi kecil dan biaya persiapan (*pretreatment*) bahan baku menjadi salah satu faktor yang menentukan biaya produksi biodiesel. Minyak goreng bekas adalah minyak makan nabati yang telah digunakan untuk menggoreng dan biasanya dibuang setelah warna minyak berubah menjadi coklat tua. Proses pemanasan selama minyak digunakan merubah sifat fisika-kimia minyak. Pemanasan dapat mempercepat hidrolisis trigliserida dan meningkatkan kandungan asam lemak bebas (FFA) di dalam minyak [20]. Apabila minyak bekas akan dibuat biodiesel, memerlukan proses awal yang harus dilakukan dengan tujuan untuk mempermudah proses transesterifikasi salah satunya dengan penyaringan dan dilanjutkan dengan tahap esterifikasi. Sedangkan penggunaan gugus alkohol pada reaksi esterifikasi menggunakan methanol. Alasan penggunaan methanol yaitu karena titik didih methanol yang rendah 64,7°C. Jika dibandingkan dengan ethanol yang memiliki titik didih diatasnya yaitu 78°C [21]. Selain itu dari rumus kimia ethanol yaitu C_2H_5OH dan methanol CH_3OH. Maka penggunaan methanol dalam proses esterifikasi sangat tepat, karena rantai C karbon methanol mudah diputus sehingga lebih efisien dalam suatu reaksi kimia.

4. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Beradasarkan perbandingan tiap jurnal penggunaan variasi waktu pada tahap sulfonasi, semakin lama waktu sulfonasi dapat

mempengaruhi densitas asam kuat, aktivitas katalitik, dan konversi dari FFA yang lebih optimal dengan adanya penambahan katalis dalam proses esterifikasi. Hal ini dikarenakan gugus aktif sulfonat semakin banyak yang tersisipkan pada material karbon.

2. Pengaruh variabel suhu sulfonasi terhadap proses esterifikasi yang optimum didapatkan rentang suhu 100-200°C. Hal ini tergantung dari komponen bahan baku pembuatan katalis.
3. Proses esterifikasi dengan menggunakan penambahan katalis asam padat dapat meningkatkan %yield dan juga mempercepat reaksi pembentukan produk. Jika dibandingkan dengan penggunaan katalis homogen yang relatif tidak dapat didaur ulang.

5. UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Perpustakaan dan LPPM (Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat) UISI yang telah mendukung terlaksananya penelitian ini dengan fasilitas yang disediakan.

6. PENDANAAN

Penelitian ini tidak didanai oleh sumber hibah manapun.

7. KONFLIK KEPENTINGAN

Seluruh penulis menyatakan tidak terdapat potensi konflik kepentingan dengan penelitian, kepenulisan (*authorship*), dan atau publikasi artikel ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. .Nuroniah H.S., Kosasih A.S., Mengenal Jenis Trembesi (*Samanea saman* (Jacquin) Merrill) sebagai Pohon Peneduh. *Mitra Hutan Tanaman*. 2010; 5 (1): 1- 5.
2. Rampe, Meytij J., Fabrication and Characterization of Carbon Composite from Coconut Shell Carbon. *Indo. Journal Chem*, 2011; 11(2): 124-130.
3. Kurniasih, E. Produksi Biodiesel Dari Crude Palm Oil Melalui Reaksi Dua Tahap (laporan hasil penelitian). Aceh:Program Studi Teknik Kimia. Politeknik Negeri Lhokseumawe; 2013.
4. Nurul, M.H. dan Zuliyana. Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) Dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi Dan Transesterifikasi (skripsi). Semarang: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro; 2010.
5. Fandi AP, Ufafa A., Salim M, Syarifatus S, Fathur I, Hanafi H, et al. Synthesis And Characterization Of Reduced Graphene Oxide From Fiber Of Borassus Flabelifer By Activation Method. *Jurnal Fisik Flux*. 2019; 16(1): 17-22.
6. Sjostrom, S. Kimia Kayu. "Dasar-Dasar dan Penggunaan". Yogyakarta: Terjemahan Gajah Mada University Press; 1995.
7. Azmi AG, Yunita SM. 2019. Borassus Flabellifer L. Waste for Kraft Paper Production with Kraft Methods. AIP Conference Proceedings; 12-13 Desember 2018; Surakarta, Indonesia. Indonesia: ICETIA ;2018.
8. Lans A.L., Mellissa E. S. L. et al. Pembuatan Arang Aktif dari Tempurung Siwalan (*Borassus flabellifer* L.) yang Diaktivasi dengan Kalium Hidroksida (KOH). *Biota: Jurnal Ilmiah Ilmu-Ilmu Hayati*, 2020; 5(1): 8-15.
9. Azizah E. Optimization of biodiesel production by solid acid catalyst derived from coconut shell via response surface methodology. *International Biodeterioration & Biodegradation.* 2017; 124(2017): 250-257.
10. Shah, K. et al. Use of sulfonic acid-functionalized silica as catalyst for esterification of free fatty acids (FFA) in acid oil for biodiesel production: an optimization study. *Res. Chem. Int*. 2015; 41(2): 1035-1051.
11. Zhonghua H. and Srinivasan M.P. Preparation of high-surface-area activated carbons from coconut shell. *Microporous and Mesoporous Materials*. 1999; 27(1999) 11–18.
12. Cazetta, Andre L. et al. NaOH-activated carbon of high surface area produced from coconut shell: Kinetics and equilibrium studies from the methylene blue adsorption. *Chemical Engineering Journal*. 2011; 174(2011): 117–125.
13. Hidayu, A.R. and Muda, N. Preparation and characterization of impregnated activated carbon from palm kernel shell and coconut shell for CO2 capture. *Procedia Engineering*. 2016; 148(2016): 106 – 113.
14. Iryanti, FN. Katalis Karbon Tersulf onasi. Paten (2018).
15. Kefas, Haruna Mavakumba et al. Modified Sulfonation Method For Converting Carbonized Glucose Into Solid Acid Catalyst For The64 Esterification Of Palm Fatty Acid Distillate. *Renewable Energy*. 2018; 81(2015): 347-354.
16. Zhang, Minhua. et al. Catalytic Performance of Biomass Carbon-Based Solid Acid Catalyst for Esterification of Free Fatty Acids in Waste Cooking Oil. *Catal Surv Asia*. 2014; 19(2015): 61-67.
17. Abdullah, S.H.Y.S. et al. Influence of Catalyst Preparation Conditions on Coconut Shell-derived Solid Acid Catalyst Performance for Transesterification. *International Journal of Recent Technology and Engineering (IJRTE)*, 2019; 8(2): S3.
18. Li, Ming et al. Preparation of solid acid catalyst from rice husk char and its catalytic performance in esterification. *Chinese Journal of Catalysis*, 2013; 34(2013): 1674-1682.
19. Safety Data Sheet, according to Federal Register /

Vol. 77, No. 58 / Monday, March 26, 2012 [diunduh 12 Maret 2020 Tersedia dari: http://www.labchem.com/tools/msds/msds/75289.pdf.

20. Nadir Dizge., Coskun Aydiner., Derya, Y. I., Mahmut Bayramoglu., Aziz Tanriseven Bulent Keskinler. Biodiesel production from sunflower, soybean, and waste cooking oils by transesterification using lipase immobilized onto a novel microporous polymer. *Journal of Bioresource Technology*, 2009; 100(6): 1983–1991.
21. Safety Data Sheet, Safety Data Sheet according to Federal Register / Vol. 77, No. 58 / Monday, March 26, 2012 [diunduh 1 Februari 2020 Tersedia dari: http://www.labchem.com/tools/msds/msds/VT230.pdf.