

# **PENGARUH RASIO PVA-SSA, TEMPERATUR *CROSSLINKING* DAN WAKTU PENGERINGAN TERHADAP SINTESA KATALIS ASAM HETEROGEN TERSULFONASI**

## **Laporan Penelitian**

Disusun untuk memenuhi tugas akhir guna mencapai gelar  
sarjana di bidang ilmu Teknik Kimia  
oleh :

**Vincent Julius Tanliano (6141801080)**

**Darren Lee (6141801110)**

Dosen Pembimbing:

**Dr. Henky Muljana, S.T., M.Eng.**

**Dr. Ir. Asaf K. Sugih**



**PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN**

**2023**



**PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN**

**LEMBAR PENGESAHAN**

Nama : Vincent Julius Tanliano

NPM : 6141801080

Nama : Darren Lee

NPM : 6141801110

JUDUL: PENGARUH RASIO PVA-SSA, TEMPERATUR *CROSSLINKING* DAN WAKTU PENDINGINAN TERHADAP SINTESA KATALIS ASAM HETEROGEN TERSULFONASI

**CATATAN:**

---

---

---

---

---

---

Telah diperiksa dan disetujui  
Bandung, 9 Februari 2023

Dosen Pembimbing,

Dr. Henky Muljana, S.T., M.Eng.

Dosen Pembimbing,

Dr. Ir. Asaf K. Sugih



**PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN**

**LEMBAR REVISI**

Nama : Vincent Julius Tanliano

NPM : 6141801080

Nama : Darren Lee

NPM : 6141801110

JUDUL: PENGARUH RASIO PVA-SSA, TEMPERATUR *CROSSLINKING* DAN WAKTU PENGERINGAN TERHADAP SINTESA KATALIS ASAM HETEROGEN TERSULFONASI

**CATATAN:**

---

---

---

---

---

---

Telah diperiksa dan disetujui  
Bandung, 9 Februari 2023

Dosen Penguji,

Kevin Cleary Wanta, S.T., M.Eng.

Dosen Penguji,

Hans Kristianto, S.T., M.T.



PROGRAM STUDI SARJANA TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN

## SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Darren Lee

NPM : 6141801110

dengan ini menyatakan bahwa penelitian dengan judul:

**Pengaruh Rasio PVA-SSA, Temperatur *Crosslinking* dan Waktu Pengerinan  
Terhadap Sintesa Katalis Asam Heterogen Tersulfonasi**

adalah hasil pekerjaan kami dan seluruh ide, pendapat, atau materi dari sumber lain telah dikutip dengan cara penulisan referensi yang sesuai.

Pernyataan ini kami buat dengan sebenar-benarnya dan jika pernyataan ini tidak sesuai dengan kenyataan, maka kami bersedia menanggung sanksi sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Bandung, 9 Februari 2023



Darren Lee

(6141801110)

## INTISARI

Minyak bumi sebagai salah satu bahan sumber energi yang sering digunakan seiring waktu persediaannya akan menipis dan habis. Oleh karena itu diperlukan sumber energi alternatif yang ramah lingkungan, salah satu contohnya adalah biodiesel. Biodiesel atau metil ester diperoleh dari reaksi esterifikasi asam lemak bebas atau melalui reaksi transesterifikasi minyak nabati trigliserida. Kedua reaksi dalam menghasilkan metil ester, digunakan bahan-bahan lain berupa metanol dan katalis. Katalis pada reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi pada umumnya menggunakan katalis homogen namun karena katalis homogen sulit untuk dipisahkan dari produk dan kurang ramah lingkungan, dipakai katalis heterogen yang dapat menjadi alternatif. Katalis heterogen memiliki daya tarik yang tinggi karena pemisahannya mudah dari produk, kemudahan dalam regenerasi, tidak bersifat toksik, lebih murah, dan ramah lingkungan. Katalis heterogen yang digunakan pada percobaan ini adalah katalis polimer yang di-*crosslinking* dengan gugus sulfonat berupa katalis polivinil alkohol tersulfonasi (PVA-SO<sub>3</sub>H). Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H yang diamati, digunakan sebagai alternatif dari katalis komersil reaksi esterifikasi metil ester yang sering digunakan yaitu katalis *poly(styrene)-divinylbenzene*.

Pada penelitian ini, katalis PVA-SO<sub>3</sub>H dihasilkan dengan metode crosslinking PVA dengan gugus sulfonat. Gugus sulfonat yang digunakan untuk *crosslinking* adalah asam sulfosuksinat (SSA). Variabel yang divariasikan pada pembuatan katalis PVA-SO<sub>3</sub>H merupakan rasio berat PVA-SSA (10-20, 10-10, dan 20-10), temperatur pemanasan crosslinking (100°C, 115°C, 130°C), dan waktu pengeringan (3, 4, 5 dan 6 jam). Katalis PVA-SSA diuji dengan reaksi esterifikasi metil ester dengan asam lemak bebas berantai panjang (C<sub>16</sub>-C<sub>24</sub>) dengan temperatur 60°C selama 6 jam dengan jumlah reaksi triplo. Respon hasil yang dianalisis dari katalis PVA-SSA adalah ketahanan termal, kapasitas asam, derajat *crosslinking*, ketahanan mekanik, dan konversi *fatty acid*. Analisis kapasitas asam dan konversi *fatty acid* diamati dengan melakukan titrasi, sedangkan untuk analisis lain dapat dilakukan dengan bantuan instrumen FTIR, SEM, dan XRD. Instrumen yang digunakan pada penelitian, bertujuan untuk membantu analisa katalis seperti analisis gugus yang terkandung dalam katalis (FTIR), bentuk morfologi katalis (SEM) dan kristalinitas dari katalis (XRD).

Hasil yang diperoleh dari percobaan yang telah dilakukan adalah katalis PVA-SSA memiliki konversi (94,2% dan 46,3%) dan kapasitas asam (3,5 mmol H<sup>+</sup>/g dan 0,36 mmol H<sup>+</sup>/g) yang lebih baik pada setiap temperatur dibandingkan katalis PS-DVB. Berdasarkan hasil penelitian yang sudah dilakukan, hasil analisa FTIR menunjukkan adanya gugus sulfonat dan gugus ester pada rentang 1045,42 cm<sup>-1</sup> dan 1724,36 cm<sup>-1</sup>. Kemudian, berdasarkan hasil analisa XRD menunjukkan PVA-SSA memiliki sifat amorf dibandingkan dengan PVA murni yakni sebesar 8,074% dan 61,408%. Terakhir, pada analisa SEM, katalis PVA-SSA cenderung mempunyai permukaan yang lebih mulus dibandingkan dengan PVA murni.

Kata kunci: Katalis, Esterifikasi, PVA-SSA

## ABSTRACT

*Petroleum as an energy source material that is often used over time will deplete and run out. Therefore, alternative energy sources that are environmentally friendly are needed, such as biodiesel. Biodiesel or methyl esters are obtained from the esterification reaction of free fatty acids or through the transesterification reaction of vegetable oil triglycerides. Both reactions in producing methyl esters use other materials such as methanol and catalysts. Catalysts in esterification reactions and transesterification reactions generally use homogeneous catalysts but because homogeneous catalysts are difficult to separate from the product and are less environmentally friendly, heterogeneous catalysts are used as an alternative. Heterogeneous catalysts have high appeal due to their easy separation from the product, ease of regeneration, non-toxic, cheaper, and environmentally friendly. The heterogeneous catalyst used in this experiment is a polymer catalyst crosslinked with sulfonate groups in the form of sulfonated polyvinyl alcohol catalyst (PVA-SO<sub>3</sub>H). The observed PVA-SO<sub>3</sub>H catalyst was used as an alternative to the frequently used commercial catalyst for methyl esterification reaction, poly(styrene)-divinylbenzene catalyst.*

*In this study, PVA-SO<sub>3</sub>H catalyst was produced by crosslinking PVA with sulfonate groups. The sulfonate group used for crosslinking is sulfosuccinic acid (SSA). The variables varied in the manufacture of PVA-SO<sub>3</sub>H catalyst are the weight ratio of PVA-SSA (10-20, 10-10, and 20-10), crosslinking heating temperature (100oC, 115oC, 130oC), and drying time (3, 4, 5 and 6 hours). The PVA-SSA catalyst was tested by esterification reaction of methyl ester with long-chain free fatty acids (C16-C24) at 60oC for 6 hours with triplo variation. The results analyzed from the PVA-SSA catalyst are thermal resistance, acid capacity, degree of crosslinking, mechanical resistance, and fatty acid conversion. Analysis of acid capacity and fatty acid conversion is observed by titrating, while for other analyses can be done with the help of FTIR, SEM, and XRD instruments. The instruments used in the research, aim to help analyze the catalyst such as analysis of the groups contained in the catalyst (FTIR), the morphological shape of the catalyst (SEM) and the crystallinity of the catalyst (XRD).*

*Based on the result from the experiments that have been carried out are that the PVA-SSA catalyst has better conversion (94.2% and 46.3%) and acid capacity (3,5 mmol H<sup>+</sup>/g dan 0,36 mmol H<sup>+</sup>/g) on any temperature than the PS-DVB catalyst. Based on the results of the research that has been done, the results of FTIR analysis show the presence of sulfonate groups and ester groups in the range of 1045.42 cm<sup>-1</sup> and 1724.36 cm<sup>-1</sup>. Then, based on the results of XRD analysis shows that pure PVA has semi-crystalline properties compared to PVA-SSA which is 61.408% and 8.074%. Finally, in SEM analysis, the PVA-SSA catalyst tends to have a smoother surface than pure PVA.*

**Keywords:** Catalyst, Esterification, PVA-SSA

## KATA PENGANTAR

Segala Puji syukur kepada Tuhan yang Maha Esa atas segala berkat dan anugerah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan seminar yang berjudul “Pengaruh Rasio PVA-SSA, Temperatur *Crosslinking* dan Waktu Pengeringan Terhadap Sintesa Katalis Asam Heterogen Tersulfonasi” dengan baik dan benar. Penelitian ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana Strata-1 Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan, Bandung.

Dalam penyusunan penelitian ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menyusun penelitian ini baik secara materi maupun moral, khususnya kepada:

1. Dr. Henky Muljana, S.T., M.Eng. dan Dr. Ir. Asaf Kleopas Sugih, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, masukan, motivasi, arahan, dan saran yang sangat bermanfaat selama penelitian ini.
2. Keluarga yang selalu memberikan dukungan, dan motivasi selama penelitian ini.
3. Seluruh dosen Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, dan UNPAR yang telah memberikan pengarahan pada penulis sehingga penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik.
4. Teman-teman mahasiswa Teknik Kimia UNPAR yang selalu memberikan dukungan dan semangat.
5. Semua pihak yang baik secara langsung maupun tidak langsung telah memberikan bantuan dalam penyusunan penelitian ini.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penelitian ini karena keterbatasan kemampuan dan pengetahuan penulis. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari para pembaca sehingga dapat menjadi bekal bagi penulis untuk memperbaiki penelitian ini. Semoga dengan adanya penelitian ini dapat bermanfaat bagi banyak pihak.

Bandung,9 Februari 2023

Penulis

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
SURAT PERNYATAAN .....	iii
LEMBAR REVISI.....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL .....	xii
INTISARI .....	xiv
ABSTRACT .....	xv
BAB I .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Tema Sentral Masalah .....	3
1.3. Identifikasi Masalah .....	4
1.4. Premis .....	5
1.4.1. Pembuatan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H .....	5
1.4.2. Penggunaan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H Pada Proses Esterifikasi Asam Lemak ..	10
1.5. Hipotesis .....	12
1.6. Tujuan Penelitian .....	12
1.7. Manfaat Penelitian .....	12
BAB II .....	14
2.1. Bahan Baku Dalam Pembuatan Biodiesel dan <i>Fatty Acid Alcohol</i> .....	14
2.1.1. Asam Lemak Bebas .....	15
2.1.2. Minyak Nabati .....	16
2.2. Transesterifikasi .....	20
2.2.1. Reaksi Transesterifikasi dengan Katalis Basa .....	21
2.3. Esterifikasi .....	22
2.4. Katalis Homogen .....	25
2.5. Katalis Heterogen .....	25
2.6. Polimer Sebagai Katalis .....	26
2.6.1. Polistiren Sebagai Katalis .....	27
2.6.2. Polivinil Alkohol (PVA) Sulfonasi sebagai Katalis.....	30
2.7. Penelitian Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H.....	33
BAB III .....	39
3.1. Bahan .....	39
3.2. Alat .....	39
3.3. Prosedur Percobaan .....	40
3.3.1. Prosedur Pendahuluan .....	40
3.3.2. Reaksi Esterifikasi Fatty Acid Menggunakan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H .....	42
3.4. Analisis .....	43
3.4.1. Analisa Kapasitas Asam .....	43
3.4.2. Analisis Konversi Asam Lemak Reaksi Esterifikasi dan Ketahanan Mekanik .....	43
3.4.3. <i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i> .....	44



3.4.4. <i>Scanning Elctron Microscopy (SEM)</i> .....	45
3.4.5. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	45
3.5. Lokasi dan Rencana Kerja Penelitian .....	46
<b>BAB IV</b> .....	48
4.1. Analisis Katalis PVA Tersulfonasi .....	48
4.1.1 Analisis Kapasitas Asam .....	48
4.1.2 Analisis FTIR .....	51
4.1.3 Analisis SEM .....	53
4.1.4 Analisis XRD .....	54
4.1.5 Analisis Uji Performa Katalis Dengan Reaksi Esterifikasi .....	56
4.2. Perbandingan Hasil Penelitian Dengan Tujuan Penelitian .....	58
<b>BAB V</b> .....	60
5.1. Kesimpulan .....	60
5.2. Saran .....	60
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	61
<b>LAMPIRAN A</b> .....	68
A.1. Polivinil Alkohol (PVA) .....	68
A.2. Asam Sulfosuksinat .....	69
A.3. Metanol .....	70
A.4. Asam Klorida .....	71
A.5. Natrium Hidroksida .....	72
A.6. Kalium Hidroksida .....	73
A.7. Asam Oksalat.....	74
<b>LAMPIRAN B</b> .....	76
B.1. Analisis Kapasitas Asam.....	76
B.1.1 Prosedur Pendahuluan .....	76
B.1.1.1 Sebelum Reaksi Berulang.....	76
B.1.1.2 Setelah Reaksi Berulang.....	77
B.1.2 Prosedur Utama .....	79
B.1.2.1 Sebelum Reaksi Berulang.....	79
B.1.2.2 Setelah Reaksi Berulang.....	80
B.2. Analisis Uji Konversi.....	82
B.2.1 Prosedur Pendahuluan .....	82
B.2.1.1 Pengulangan Pertama.....	82
B.2.1.2 Pengulangan Kedua .....	86
B.2.2 Prosedur Utama .....	87
B.2.2.1 Pengulangan Pertama.....	87
B.2.2.2 Pengulangan Kedua .....	90
<b>LAMPIRAN C</b> .....	93
C.1. Analisis Kapasitas Asam.....	93
C.1.1 Standarisasi Larutan NaOH .....	93
C.1.2 Titrasi Asam Basa.....	93
C.2. Analisis Uji Konversi.....	94
C.2.1 Penimbangan Massa Sampel Awal.....	94
C.2.2 Standarisasi Larutan KOH.....	94

C.2.3 Penentuan <i>Acid Value</i> Awal .....	94
C.2.4 Penimbangan Massa Sampel Akhir .....	95
C.2.5 Penentuan <i>Acid Value</i> Akhir.....	95
C.2.6 Penentuan Konversi <i>Free Fatty Acid</i> .....	95
C.3. Penentuan <i>Degree of Crystallinity</i> .....	95
LAMPIRAN D .....	101
D.1. Area Kurva PVA Murni Berat Molekul 205.000 .....	101
D.2. Area Kurva PVA-SSA 10-20.....	102

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 1.1.</b> Produksi dan Konsumsi Bahan Bakar .....	1
<b>Gambar 2.1.</b> Skema Pembentukan Fatty Alcohols .....	14
<b>Gambar 2.2.</b> Asam Lemak Jenuh .....	16
<b>Gambar 2.3.</b> Asam Lemak Tak Jenuh Tunggal .....	16
<b>Gambar 2.4.</b> Asam Lemak Tak Jenuh Jamak .....	16
<b>Gambar 2.5.</b> Bagian Kelapa Sawit yang Diambil untuk CPO dan CPKO .....	19
<b>Gambar 2.6.</b> Reaksi Transesterifikasi .....	20
<b>Gambar 2.7.</b> Reaksi Transesterifikasi Trigliserida .....	21
<b>Gambar 2.8.</b> Mekanisme Reaksi Saponifikasi .....	21
<b>Gambar 2.9.</b> Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Katalis Basa .....	22
<b>Gambar 2.10.</b> Reaksi Esterifikasi .....	23
<b>Gambar 2.11.</b> Mekanisme Reaksi Esterifikasi .....	24
<b>Gambar 2.12.</b> Bentuk Monomer Stiren (a), Propilen (b), Akrilat (c), & Vinil Alkohol (d) ....	27
<b>Gambar 2.13.</b> Reaksi Sulfonasi .....	30
<b>Gambar 2.14.</b> Stuktur Mekanisme <i>Crosslinking polystyrene-divinylbenzene</i> .....	31
<b>Gambar 2.15.</b> Stuktur PVA .....	31
<b>Gambar 2.16.</b> Mekanisme <i>Crosslinking</i> PVA dengan asam sulfosuksinat .....	33
<b>Gambar 3.1.</b> Diagram Alir Preparasi Pembuatan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H .....	43
<b>Gambar 3.2.</b> Diagram Alir Reaksi Esterifikasi <i>Fatty Acid</i> menggunakan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H .....	44
<b>Gambar 4.1</b> Hasil Analisis FTIR PVA murni dan Sampel Katalis PVA-SSA 205.000 g/mol rasio 10-20 .....	51
<b>Gambar 4.2.</b> Analisis FTIR PVA murni dengan PVA-SSA variasi rasio berat kandungan SSA .....	53
<b>Gambar 4.3</b> Hasil Analisis SEM Pada Perbesaran 5.000x untuk PVA murni (a) dan PVA-SSA 205.000 g/mol rasio 10-20 (b) .....	53
<b>Gambar 4.4</b> Hasil Analisis SEM Pada Perbesaran 10.000x untuk PVA murni (a) dan PVA-SSA 205.000 g/mol rasio 10-20 (b) .....	54
<b>Gambar 4.5.</b> Perbandingan Hasil XRD dari (a) PVA murni dan (b) PVA-SSA 205.000 g/mol rasio 10-20 .....	55
<b>Gambar 4.6.</b> Nilai konversi FFAs variasi waktu oven vakum sampel katalis PVA-SSA .....	56
<b>Gambar 4.7</b> Nilai konversi FFAs variasi temperatur oven dan rasio sampel katalis PVA-SSA dan DPT-3 .....	58
<b>Gambar C.1.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah kedua .....	97

<b>Gambar C.2.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah kelima .....	97
<b>Gambar C.3.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah keenam .....	98
<b>Gambar C.4.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah ketujuh .....	98
<b>Gambar C.5.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah kesembilan .....	99
<b>Gambar C.6.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah kesembilan .....	99
<b>Gambar C.7.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah kesepuluh .....	100
<b>Gambar C.8.</b> Tangkapan layar perangkat lunak Origin untuk langkah kesebelas .....	100

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 1.1.</b> Tabel Premis Pembuatan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H .....	5
<b>Tabel 1.2.</b> Tabel Premis Penggunaan Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H Pada Proses Esterifikasi Asam Lemak.....	10
<b>Tabel 2.1.</b> Komposisi Kimia Minyak Kacang Kedelai .....	17
<b>Tabel 2.2.</b> Komposisi Kimia Minyak <i>Canola</i> .....	17
<b>Tabel 2.3.</b> Komposisi Kimia Minyak Bunga Matahari.....	18
<b>Tabel 2.4.</b> Komposisi Kimia Minyak elapa sawit (CPO) .....	19
<b>Tabel 2.5.</b> Komposisi kimia minyak inti kelapa sawit (CPKO) .....	19
<b>Tabel 3.1.</b> Rasio Berat PVA-SSA, Temperatur dan Waktu Pengeringan Pada Prosedur Pendahuluan.....	40
<b>Tabel 3.2.</b> Variasi Rasio PVA-SSA dan Temperatur Pemanasan Katalis Pada Prosedur Utama .....	40
<b>Tabel 3.3.</b> Temperatur, Jumlah Cycle, dan Waktu Pada Prosedur Pendahuluan.....	42
<b>Tabel 3.4.</b> Jadwal Kerja Penelitian .....	46
<b>Tabel 4.1</b> Nilai kapasitas asam variasi waktu oven vakum sampel katalis PVA-SSA.....	49
<b>Tabel 4.2</b> Nilai kapasitas asam variasi temperatur oven dan rasio sampel katalis PVA-SSA dan DPT-3 .....	50
<b>Tabel 4.3</b> Perbandingan Peak FTIR pada PVA murni dan Sampel Katalis PVA-SSA 205.000 g/mol rasio 10-20.....	52
<b>Tabel 4.4</b> Derajat kristalinitas dari PVA murni dan PVA-SSA 205.000 g/mol rasio 10-20 ....	55
<b>Tabel B.1.</b> Analisis titrasi asam sebelum reaksi berulang (pertama).....	76
<b>Tabel B.2.</b> Analisis titrasi asam sebelum reaksi berulang (pertama).....	76
<b>Tabel B.3.</b> Analisis titrasi asam setelah reaksi berulang (pertama) .....	77
<b>Tabel B.4.</b> Analisis titrasi asam setelah reaksi berulang (kedua) .....	78
<b>Tabel B.5.</b> Analisis titrasi asam sebelum reaksi berulang (pertama).....	79
<b>Tabel B.6.</b> Analisis titrasi asam sebelum reaksi berulang (pertama).....	80
<b>Tabel B.7.</b> Analisis titrasi asam setelah reaksi berulang (pertama) .....	80
<b>Tabel B.8.</b> Analisis titrasi asam setelah reaksi berulang (kedua) .....	81
<b>Tabel B.9.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan pertama (cycle pertama) .....	82
<b>Tabel B.10.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan pertama (cycle kedua).....	83
<b>Tabel B.11.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan pertama (cycle ketiga) .....	84
<b>Tabel B.12.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan kedua (cycle pertama).....	86

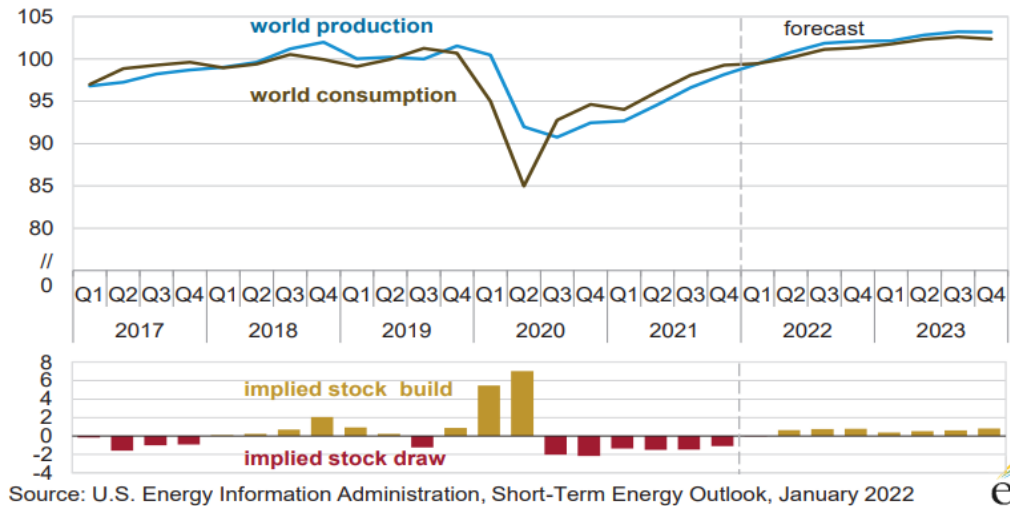
<b>Tabel B.13.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan kedua (cycle kedua) .....	86
<b>Tabel B.14.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan kedua (cycle ketiga) .....	87
<b>Tabel B.15.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan pertama (cycle pertama) .....	87
<b>Tabel B.16.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan pertama (cycle kedua).....	88
<b>Tabel B.17.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan pertama (cycle ketiga) .....	89
<b>Tabel B.18.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan kedua (cycle pertama).....	90
<b>Tabel B.19.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan kedua (cycle kedua) .....	90
<b>Tabel B.20.</b> Analisis Uji Konversi Pengulangan kedua (cycle ketiga).....	91

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Minyak bumi merupakan suatu campuran kompleks senyawa organik yang terdiri dari senyawa hidrokarbon dan nonhidrokarbon yang berasal dari sisa-sisa tumbuhan, binatang, maupun mikroorganisme yang tertimbun sangat lama hingga berjuta-juta tahun (Speight, 1991). Minyak bumi merupakan sumber energi yang tidak terbarukan, sehingga perlu adanya energi pengganti untuk minyak bumi, karena dengan bertambahnya jumlah populasi manusia membuat kebutuhan energi akan terus meningkat tiap tahunnya. Hal ini dapat dilihat dari **Gambar 1.1** berikut merupakan produksi minyak dan konsumsi di dunia, sebagai berikut :



**Gambar 1.1.** Produksi dan Konsumsi Bahan Bakar (U.S. Energy Information Administration, 2022)

Dari **Gambar1.1** dapat dibuktikan bahwa manusia memiliki ketergantungan terhadap sumber energi. Oleh karena itu, keperluan bahan bakar minyak tidak terbarui atau bahan bakar yang suatu saat akan habis maka mulai perlu untuk diganti sehingga diperlukan sumber energi lain yang dapat diperbarui, seperti biomassa. Biomassa merupakan bahan yang berasal dari tanaman baik secara langsung maupun tidak langsung.

Biodiesel merupakan salah satu dari hasil produk biomassa, yang memiliki kelebihan yaitu memiliki hasil emisi (polutan) yang tidak membahayakan bagi lingkungan karena memiliki kandungan sulfur, rendah emisi, tidak beracun, dan mudah diolah. Pembuatan produk biodiesel

atau metil ester dapat dihasilkan dari minyak nabati pada tumbuhan maupun dari asam lemak melalui reaksi esterifikasi maupun reaksi transesterifikasi. Selain biodiesel, metil ester dapat dijadikan sebagai produk antara yang berperan dalam pembuatan *fatty acid alcohol* melalui reaksi hidrogenasi. *Fatty acid alcohol* pada fungsinya mempunyai berbagai kegunaannya dalam industri makanan, kosmetik, maupun farmasi (Ramdyasari, 2018). Esterifikasi merupakan reaksi yang terjadi antara asam karboksilat dengan alkohol menghasilkan ester sedangkan transesterifikasi merupakan reaksi alkohol dengan trigliserida atau perpindahan alkohol dari ester (Meher et al., 2006). Pada dasarnya bahan baku minyak nabati yang digunakan berasal dari kacang kedelai, *Canola*, biji bunga matahari, dan kelapa sawit (CPO & CPKO) namun umumnya penggunaan kelapa sawit lebih banyak digunakan karena mampu untuk menghasilkan perolehan minyak yang lebih banyak apabila dibandingkan dengan bahan minyak nabati yang lain (Kurnia et al., 2016).

Dalam mempercepat dan mengoptimalkan reaksi esterifikasi maupun transesterifikasi dapat digunakan bantuan katalis. Katalis sendiri merupakan suatu senyawa yang dapat menurunkan energi aktivasi (energi minimum yang diperlukan oleh reaktan agar reaksi dapat terjadi) sehingga meningkatkan laju reaksi tanpa mempengaruhi hasil akhir dari produk yang dihasilkan (Santoso, 2016). Katalis berdasarkan jenisnya dapat dibedakan menjadi 2 jenis yaitu katalis homogen (mempunyai fasa yang sama dengan reaktan) dan katalis heterogen (mempunyai fasa yang berbeda dengan reaktan). Pada penggunaannya, katalis heterogen jika dibandingkan dengan katalis homogen, maka penggunaan katalis heterogen lebih banyak digunakan karena mempunyai keuntungan berupa dapat lebih mudah untuk dipisahkan dari campuran reaksi tanpa menggunakan pelarut, mudah diregenerasi, tidak mempunyai sifat toksik, lebih murah, dan ramah lingkungan (Nungky, 2015). Salah satu jenis katalis heterogen yang digunakan dalam sintesis metil ester berupa katalis polimer. Katalis polimer merupakan polimer yang memiliki bagian katalitik aktif yang digunakan untuk berbagai jenis sintesis organik yang bersifat tidak mudah larut dan dapat digunakan kembali. Pada reaksi esterifikasi dalam membuat metil ester digunakan katalis polimer berbasis PS yang dimodifikasi dengan DVB melalui proses *crosslinking* menjadi PS-DVB (*polystyrene-co-divinylbenzene*) selain itu digunakan juga katalis PVA yang dimodifikasi dengan SSA melalui proses *crosslinking* menjadi PS-SSA (Tropecêlo, 2016).



Dari studi yang dilakukan oleh Leonardo dan Diana Tanujaya (2020) dan Reihan Krisnawan dan Ruben Halim (2021), mengenai PVA-SO<sub>3</sub>H sebagai katalis reaksi esterifikasi dengan melihat pengaruh variasi PVA dan SSA kemudian diperoleh hasil berupa peningkatan jumlah SSA akan menurunkan *swelling degree*, jumlah kapasitas asam, struktur katalis menjadi lebih amorf, peningkatan pembentukan gugus sulfonat dan ester dalam katalis, serta penurunan ketahanan termal katalis. Peningkatan jumlah PVA akan menyebabkan peningkatan jumlah struktur kristalin sehingga *swelling degree* akan menurun. Dilakukan juga perbandingan dari hasil reaksi esterifikasi terhadap katalis PVA-SO<sub>3</sub>H dengan katalis berbasis PS-DVB (DPT-3 atau *amberlyst*). Dari pengujian tersebut, didapatkan hasil konversi yang lebih tinggi dimiliki oleh katalis PVA-SO<sub>3</sub>H dibandingkan dengan katalis PS-DVB. Namun dari kedua peneliti tersebut diperoleh hasil yang tidak memuaskan dalam hal ketahanan mekanik pada katalis yang digunakan setelah pemakaian pertama masih kurang kuat atau regenerasi nya kurang sehingga bentuk fisiknya menjadi seperti bubur sehingga katalis menjadi sulit untuk dipisahkan. Selain itu hasil konversi yang dihasilkan setelah pemakaian pertama mengalami penurunan yang signifikan dimana hal ini dapat terjadi karena kapasitas asam yang menurun. Maka dari itu, penelitian yang akan dilakukan kali ini akan lebih menganalisis mengenai derajat *crosslinking*, kapasitas asam serta ketahanan mekanik dengan menggunakan katalis PVA-SO<sub>3</sub>H pada pengaruh berat molekul PVA yang lebih tinggi, rasio berat PVA-SSA serta melihat pengaruh temperatur *crosslinking* serta waktu pengeringan agar diperoleh katalis yang mampu menghasilkan konversi, ketahanan mekanik dan kapasitas asam yang tinggi dan stabil setelah pemakaian pertama.

## 1.2 Tema Sentral Masalah

Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya menggunakan asam lemak bebas berantai pendek C<sub>8</sub>-C<sub>12</sub> dan berat molekul PVA yang lebih kecil. Sedangkan penelitian kali ini akan menggunakan rantai karbon yang lebih panjang (C<sub>16</sub>-C<sub>24</sub>) dengan memvariasikan temperatur pemanasan *crosslinking*, rasio jumlah PVA-SSA, dan waktu pengeringan terhadap nilai derajat *crosslinking*, *swelling degree*, sifat mekanik, kapasitas asam, kestabilan termal dan konversi dengan menggunakan katalis PVA-SO<sub>3</sub>H. Nantinya mampu mendapatkan hasil konversi yang tinggi dan stabil, juga mendapatkan ketahanan mekanik yang lebih baik dan stabil.

### 1.3 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang dan tema sentral masalah yang telah disebutkan, maka dapat dibuat beberapa identifikasi masalah yang akan diteliti lebih lanjut, sebagai berikut :

1. Apakah waktu pengeringan yang lebih lama akan mempengaruhi derajat *crosslinking*, sifat mekanik dan kapasitas asam pada katalis PVA-SO<sub>3</sub>H?
2. Bagaimana pengaruh temperatur pemanasan terhadap hasil derajat *crosslinking*?
3. Apakah jumlah SSA dapat mempengaruhi katalis PVA-SO<sub>3</sub>H dalam reaksi *cross-linking*?

## 1.4 Premis

### 1.4.1 Pembuatan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H

**Tabel 1.1.** Tabel Premis Pembuatan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H

<b>Sumber</b>	<b>Berat Molekul PVA</b>	<b>Bahan Baku Gugus Sulfonat</b>	<b>Suhu dan Waktu Pemanasan</b>	<b>Langkah Prosedur PVA</b>
Rhim, (1998)	50.000	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA)</i>	150°C selama 1 jam	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA kering dilarutkan ke dalam air murni lalu dipanaskan pada temperatur 90°C selama 6 jam</li> <li>2. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk selama 24 jam</li> <li>3. Campuran homogen dituang ke <i>Plexiglas plate</i> kemudian dikeringkan pada suhu ruang</li> <li>4. Membran dipanaskan Kembali pada temperatur 150°C selama 1 jam</li> </ol>
Castanheiro, (2006)	72.000	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA)</i>	120°C selama 2 jam	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA dilarutkan ke dalam air pada temperatur 90°C selama 6 jam</li> <li>2. Larutan PVA dicampur dengan bahan baku SSA pada temperatur ruang selama 24 jam</li> <li>3. Campuran homogen dituang ke <i>Teflon plate</i> lalu dikeringkan pada temperatur 60°C selama 24 jam hingga kering</li> <li>4. membran kemudian dipanaskan pada temperatur 120°C selama 2 jam</li> </ol>

Tabel 1.2. Tabel Premis Pembuatan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H (lanjutan)

Sumber	Berat Molekul PVA	Bahan Baku Gugus Sulfonat	Suhu dan Waktu Pemanasan	Langkah Prosedur PVA
Caetano ,(2009)	72.000	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA)</i>	120°C selama 2 jam	<p>1.PVA akan dilarutkan kedalam air murni pada 90°C selama 6 jam</p> <p>2. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk kuat pada temperatur ruang selama 24 jam sampai homogen</p> <p>3.Campuran homogen dituangkan pada plat teflon lalu dikeringkan pada temperatur 60°C selama 24 jam</p> <p>4.Membran dipanaskan pada temperatur 120°C selama 2 jam</p>
Zhu M, (2010)	70.000	<i>Sodium Polystyrene Sulfonate</i>	80°C, 120°C selama 1 jam	<p>1. 8 gram PVA akan dilarutkan kedalam 92 gram air murni pada 90°C</p> <p>2. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk kuat pada temperatur ruang selama 24 jam sampai homogen</p> <p>3. Campuran homogen dituangkan pada plat teflon lalu dikeringkan pada temperatur 60°C selama 24 jam</p> <p>4. Membran dipanaskan pada temperatur 120°C selama 2 jam</p>

Tabel 1.3. Tabel Premis Pembuatan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H (lanjutan)

Sumber	Berat Molekul PVA	Bahan Baku Gugus Sulfonat	Suhu dan Waktu Pemanasan	Langkah Prosedur PVA
Tsai, (2010)	124.000 – 186.000	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA)</i>		<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA akan dilarutkan pada temperatur 70°C selama 6 jam dengan pengadukan berturut turut</li> <li>2. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk kuat pada temperatur 70°C selama 6 jam</li> <li>3. Campuran homogen dituangkan pada piring plastik lalu dikeringkan pada temperatur 38 °C di oven hingga terlihat kering</li> </ol>
Ajith, (2016)	125.000	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA)</i>	100°C	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA akan dilarutkan pada temperatur 60°C setidaknya selama 6 jam</li> <li>2. Larutan PVA didinginkan hingga 30°C kemudian dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk pada temperatur 30°C selama 24 jam</li> <li>3. Campuran homogen dituang ke gelas petri lalu dikeringkan pada temperatur 35°C selama 24 jam pertama dan 45°C selama 24 jam kedua</li> <li>4. Membran dipanaskan pada temperatur 100°C</li> </ol>

**Tabel 1.4.** Tabel Premis Pembuatan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H (lanjutan)

Sumber	Berat Molekul PVA	Bahan Baku Gugus Sulfonat	Suhu dan Waktu Pemanasan	Langkah Prosedur PVA
Li, (2019)	20.000	<i>polystyrene sulfonic acid (PSSA)</i>	0,80,100,120°C selama 1 jam	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA akan dilarutkan pada temperatur 90°C selama 4 jam</li> <li>2. Larutan 10% berat ditukar dengan resin penukar ion pada suhu ruang selama 12 jam</li> <li>3. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk pada temperatur ruang selama 24 jam</li> <li>4. Campuran homogen dituangkan pada <i>PE plate</i> lalu dikeringkan pada temperatur ruang selama 12 jam</li> <li>5. Membran dipanaskan pada temperatur 0,80,100 dan 120°C selama 1 jam</li> </ol>
H. Zhang, (2020)		<i>Amberlyst-15</i>	50,100,150°C selama 1 jam	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA akan dilarutkan pada temperatur 90°C selama 6 jam</li> <li>2. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk pada temperatur 50°C selama 12 jam</li> <li>3. Campuran homogen dituangkan pada <i>PTFE Plate</i> dengan kawat tembaga sepanjang 0,2-0,4 mm lalu dikeringkan pada temperatur 50°C selama 24 jam</li> <li>4. Membran diberlakukan dengan 50,100 dan 150°C selama 1 jam</li> </ol>

**Tabel 1.5.** Tabel Premis Pembuatan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H (lanjutan)

Sumber	Berat Molekul PVA	Bahan Baku Gugus Sulfonat	Suhu dan Waktu Pemanasan	Langkah Prosedur PVA
Li, (2019)	20.000	<i>polystyrene sulfonic acid (PSSA)</i>	0,80,100,120°C selama 1 jam	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. PVA akan dilarutkan pada temperatur 90°C selama 4 jam</li> <li>2. Larutan 10% berat ditukar dengan resin penukar ion pada suhu ruang selama 12 jam</li> <li>3. Larutan PVA dicampurkan dengan bahan baku dan diaduk pada temperatur ruang selama 24 jam</li> <li>4. Campuran homogen dituangkan pada <i>PE plate</i> lalu dikeringkan pada temperatur ruang selama 12 jam</li> <li>5. Membran dipanaskan pada temperatur 0,80,100 dan 120°C selama 1 jam</li> </ol>

### 1.4.2 Penggunaan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H Pada Proses Esterifikasi Asam Lemak

**Tabel 1.6.** Tabel Premis Penggunaan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H Pada Proses Esterifikasi Asam Lemak

Sumber	Bahan Baku	Variasi Katalis	Jumlah Katalis	Temperatur	Waktu	Hasil
Guerreiro, (2006)	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA), palmitic, stearic, oleic, linoleic, linolenic acids</i> dan metanol	nafion 112, nafion 115  PVA-SSA derajat <i>crosslinking</i> 20% dan 5%	3 gram	60°C	24 jam	1. Katalis PVA-SSA dengan derajat <i>crosslinking</i> 20% menghasilkan konsentrasi yang paling tinggi  2. <i>Swelling Degree</i> berbanding terbalik dengan <i>Crosslinking Degree</i>
Caetano, (2009)	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA), Palmatic acid, Oleic acid, Stearic acid</i> dan metanol	PS-DVB derajat <i>crosslinking</i> 8% dan 2%  PVA murni, PVA_SSA 20% w SSA dan PVA_SSA 40% w SSA	0,2 gram	60°C dan 80°C	24 jam	1. Katalis PVA_SSA 40% w SSA memiliki konversi katalis paling tinggi  2. Katalis PVA mempunyai aktifitas katalitik yang lebih besar dibandingkan dengan PS  3. <i>Swelling Degree</i> berbanding terbalik dengan <i>Crosslinking Degree</i>  4. Konversi berbanding lurus dengan temperature dan <i>Crosslinking Degree</i>



**Tabel 1.7.** Tabel Premis Penggunaan Katalis PVA-SO<sub>3</sub>H Pada Proses Esterifikasi Asam Lemak (lanjutan)

Sumber	Bahan Baku	Variasi Katalis	Jumlah Katalis	Temperatur	Waktu	Hasil
Tropecêlo, (2016)	<i>Sulfosuccinic Acid (SSA), palmitic acid, oleic acid, stearic acid,</i> dan metanol	Katalis PVA-SO <sub>3</sub> H dan PS-SO <sub>3</sub> H	0,2 gram	60°C dan 80°C	80 jam	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Konversi lebih besar pada katalis PVA-SO<sub>3</sub>H</li> <li>2. jumlah kadar katalis berbanding lurus dengan konversi</li> <li>3. jumlah metanol berbanding lurus dengan konversi</li> </ol>

## 1.5 Hipotesis

Berdasarkan premis, hipotesis yang dapat diambil dalam penelitian yaitu:

1. Katalis PVA-SSA dengan jumlah SSA yang semakin banyak akan menghasilkan nilai kapasitas asam dan *degree of crosslinking* yang lebih tinggi.
2. Temperatur pemanasan yang digunakan semakin besar akan menghasilkan nilai kapasitas asam yang semakin besar serta konversi metil ester yang tinggi.
3. Waktu pengeringan yang lebih lama akan menghasilkan kapasitas asam, ketahanan mekanik, dan derajat *crosslinking* yang lebih tinggi.

## 1.6 Tujuan Penelitian

1. Menganalisis dan membandingkan performa dari katalis PVA-SSA dibandingkan dengan katalis DPT-3 atau *amberlyst*.
2. Untuk mengetahui pengaruh jumlah PVA-SSA, temperatur pemanasan *crosslinking* dan waktu pengeringan pada katalis terhadap nilai kapasitas asam, konversi, sifat mekanik, dan derajat *crosslinking*.
3. Untuk mengetahui karakterisasi katalis PVA-SSA pada reaksi esterifikasi dalam mensintesis metil ester terhadap perolehan *fatty acid methyl ester*.
4. Mampu menghasilkan katalis PVA-SSA dengan memiliki sifat mekanik yang baik sehingga dapat digunakan berkali-kali.

## 1.7 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat bagi:

1. Mahasiswa

Manfaat dari penelitian ini bagi mahasiswa yaitu mampu untuk memberikan informasi mengenai proses dan faktor-faktor yang berpengaruh dalam sintesis katalis untuk menghasilkan kondisi terbaik dalam produksi *fatty acid methyl ester*.

2. Industri

Manfaat dari penelitian ini bagi industri dalam pengembangan yang memanfaatkan *fatty acid methyl ester* sebagai pembuatan biodiesel maupun *fatty acid alcohol* dengan katalis heterogen yang lebih efektif agar FAME yang dihasilkan lebih baik.

3. Masyarakat

Manfaat dari penelitian ini bagi masyarakat karena dengan adanya katalis yang lebih efektif untuk pembuatan biodiesel dan *fatty acid alcohol* maka produk bahan bakar terbarukan diharapkan dapat lebih cepat tersedia untuk masyarakat dan masyarakat pula dapat lebih mudah memakai produk-produk yang berbahan dasar *fatty acid alcohol*.