

PENGARUH IKATAN SILANG GLUTARALDEHIDA TERHADAP KATALIS PVA-SO₃H UNTUK ESTERIFIKASI ASAM LEMAK

Laporan Penelitian

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

oleh:

Jeane Wijaya (6141901001)

Jonathan Aditya Halim (6141901017)

Pembimbing :

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

Dr. Ir. Asaf Kleopas 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 : Jeane Wijaya
NPM : 6141901001
Nama : Jonathan Aditya Halim
NPM : 6141901017
Judul : Pengaruh Ikatan Silang Glutaraldehyda Terhadap Katalis PVA-SO₃H
Untuk Esterifikasi Asam Lemak

CATATAN :

Telah diperiksa dan disetujui,

Bandung, 13 Juli 2023

Pembimbing 1

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

Pembimbing 2

Dr. Ir. Asaf Kleopas Sugih



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

LEMBAR REVISI

Nama : Jeane Wijaya
NPM : 6141901001
Nama : Jonathan Aditya Halim
NPM : 6141901017
Judul : Pengaruh Ikatan Silang Glutaraldehyda Terhadap Katalis PVA-SO₃H
Untuk Esterifikasi Asam Lemak

CATATAN :

Bagian pembahasan: Analisis Kapasitas Asam, Analisis TGA, Analisis Esterifikasi

Telah diperiksa dan disetujui,
Bandung, 13 Juli 2023

Dosen Penguji 1

Dr. Ir. Tedi Hudaya, S.T, M.Eng.Sc.

Dosen Penguji 2

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



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

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Jeane Wijaya

NPM : 6141901001

Nama : Jonathan Aditya Halim

NPM : 6141901017

dengan ini menyatakan bahwa laporan penelitian dengan judul:

**Pengaruh Ikatan Silang Glutaraldehida Terhadap Katalis Katalis PVA-SO₃H Untuk
Esterifikasi Asam Lemak**

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

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

Bandung, 13 Juli 2023



Jeane Wijaya
(6141901001)



Jonathan Aditya Halim
(6141901017)

INTISARI

Sumber energi yang diperlukan oleh manusia didapati telah meningkat dengan sangat signifikan selama beberapa tahun belakangan ini. Ketersediaan dari sumber energi itu sendiri, yaitu fosil, mulai diragukan dapat memenuhi kebutuhan manusia di masa mendatang. Hal ini tentunya membuat beberapa perkembangan dan inovasi dilakukan, yaitu dalam menciptakan sumber energi terbarukan, seperti biofuel, panas bumi, panas matahari, dan sebagainya. Salah satu sumber energi terbarukan yang mulai terlihat perkembangannya adalah biodiesel yang merupakan produk dari biofuel itu sendiri. Biodiesel ini umumnya terbuat dari minyak nabati, seperti kelapa sawit, bunga matahari, kacang-kacangan, dan lainnya. Proses utama pada pembuatan biodiesel ini adalah transesterifikasi, tetapi dapat juga melalui proses esterifikasi asam lemak dengan alkohol serta katalis asam heterogen yang menghasilkan *fatty acid methyl ester* atau asam lemak metil ester. Katalis asam yang akan digunakan pada percobaan ini adalah polimer yang akan di-*crosslink* dengan gugus sulfonat, asam sulfosuksinat, yang akan menghasilkan katalis PVA-SO₃H atau polivinil alkohol tersulfonasi. Selain gugus sulfonat, kekuatan mekanik akan diperbaiki dengan dilakukannya *crosslink* PVA-SO₃H dengan glutaraldehida. Katalis PVA/SSA/GA ini akan digunakan dalam reaksi esterifikasi metil ester pada skala industri apabila dapat memberikan konversi yang baik pada kondisi proses yang kontinu.

Penelitian ini akan lebih berfokus pada pengaruh PVA/SSA dengan GA yang akan digunakan sebagai *crosslink* lainnya. Sehingga, variasi yang akan dilakukan berfokus pada waktu ikatan silang (C, 1 jam dan 2 jam), waktu pemanasan (H, 1 jam dan 2 jam) dan temperatur pemanasan PVA/SSA/GA (T, 30°C dan 40°C). Katalis PVA/SSA-GA ini akan diuji pada reaksi esterifikasi metil ester dengan temperatur 60°C selama 4 jam. Analisa yang akan dilakukan nantinya adalah, analisis swelling degree, analisis kapasitas asam (titrasi), analisis esterifikasi asam lemak (konversi asam lemak), analisis perubahan morfologi, struktur, dan porositas (FTIR, TGA, XRD, dan SEM). Instrumen seperti FTIR digunakan untuk melihat keberadaan gugus yang terikat pada katalis, TGA untuk melihat ketahanan termal, XRD untuk melihat kristalinitas dari katalis, dan SEM untuk melihat bentuk morfologi dari katalis itu sendiri. Penelitian yang dilakukan ini diharapkan mampu memberikan konversi metil ester yang cukup tinggi pada esterifikasi asam lemak, ketahanan mekanik dan termal pada proses kontinu dari katalis komersial PS-DVB (DPT-3).

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, ditemukan bahwa variasi terbaik terjadi pada waktu ikatan silang selama 2 jam, waktu pemanasan selama 1 jam dan temperatur pemanasan sebesar 40 °C. Hal ini ditunjukkan dari hasil esterifikasi yang stabil dengan konversi di sekitar 60% dan penurunan kapasitas asam yang tidak terlalu besar (18,11%). Perlu diperhatikan bahwa dengan waktu pemanasan yang terlalu lama, katalis akan mengalami penurunan performa karena pH yang rendah selama reaksi sehingga dapat menyebabkan degradasi gugus -OH yang belum tersubstitusi pada katalis PVA/SSA.

Keyword: Katalis, Biodiesel, PVA, SSA, Glutaraldehid, Esterifikasi, Transesterifikasi, Metil Ester, Ikatan Silang, FTIR, XRD, TGA, SEM, Konversi, Asam Lemak

ABSTRACT

The energy demand required by humans has significantly increased over the past few years. The availability of fossil fuels, which has been the primary energy source, is now doubted to meet future human needs. As a result, various developments and innovations have been made to create renewable energy sources, such as biofuels, geothermal energy, solar energy, and others. One renewable energy source that shows promising development is biodiesel, a biofuel product. Biodiesel is commonly produced from vegetable oils like palm oil, sunflower oil, and other oilseeds. The main process in biodiesel production is transesterification, although it can also be produced through the esterification of fatty acids with alcohol, using heterogeneous acid catalysts that yield fatty acid methyl esters. The acid catalyst used in this experiment is a polymer crosslinked with sulfonic acid groups, sulfosuccinic acid, which results in PVA-SO₃H or sulfonated polyvinyl alcohol catalyst. Apart from the sulfonic acid groups, the mechanical strength will be enhanced by crosslinking PVA-SO₃H with glutaraldehyde. The PVA/SSA/GA catalyst will be used in the methyl ester esterification reaction on an industrial scale if it proves to offer good conversion under continuous process conditions.

This research will focus on the impact of PVA/SSA with GA as another crosslink. Thus, the variations in the experiment will concentrate on crosslinking time (C, 1 hour, and 2 hours), heating time (H, 1 hour, and 2 hours), and PVA/SSA/GA heating temperature (T, 30°C, and 40°C). The PVA/SSA-GA catalyst will be tested in the methyl ester esterification reaction at 60°C for 4 hours. The analysis to be conducted includes swelling degree analysis, acid capacity analysis (titration), fatty acid esterification analysis (fatty acid conversion), morphological, structural, and porosity analysis (FTIR, TGA, XRD, and SEM). Instruments, such as FTIR, will be used to observe the presence of bound groups on the catalyst, TGA to evaluate thermal resistance, XRD to examine the crystallinity of the catalyst, and SEM to analyze the morphology of the catalyst. This research aims to achieve high methyl ester conversion in a sufficient way in fatty acid esterification and assess the mechanical and thermal durability during the continuous process of the commercial catalyst PS-DVB (DPT-3).

This research found that the best variations occurred at a crosslinking time of 2 hours, a heating time of 1 hour, and a heating temperature of 40°C. This was indicated by stable esterification results with a conversion rate of approximately 60% and a relatively small decrease in acid capacity (18.11%). It should be noted that with excessively long heating time, the catalyst's performance will decrease due to low pH during the reaction, which may cause degradation of unsubstituted -OH groups on the PVA/SSA catalyst.

Keywords: Catalyst, Biodiesel, PVA, SSA, Glutaraldehyde, Esterification, Transesterification, Methyl Ester, Crosslink, FTIR, XRD, TGA, SEM, Conversion, Fatty Acid.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis ucapkan kepada Tuhan yang Maha Esa karena atas berkat rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyusun laporan penelitian berjudul “Pengaruh Ikatan silang Glutaraldehida Terhadap Katalis PVA-SO₃H untuk Esterifikasi Asam Lemak” dengan baik. Laporan ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana Strata-1 Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri Universitas Katolik Parahyangan, Bandung.

Saat penyusunan laporan ini dilakukan, penulis banyak mendapatkan tantangan dan hambatan. Bantuan dari beberapa pihak telah membantu penulis dalam mengatasi persoalan tersebut, sehingga penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menyusun laporan penelitian ini, khususnya kepada:

1. Bapak Dr. Henky Muljana, S.T., M. Eng., selaku dosen pembimbing pertama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan saran selama penyusunan laporan penelitian.
2. Bapak Dr. Asaf Kleopas Sugih, Ir., selaku dosen pembimbing pertama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan saran selama penyusunan laporan penelitian.
3. Keluarga yang selalu memberikan dukungan baik moral maupun material.
4. Teman-teman yang telah memberikan dukungan dan semangat.
5. Semua pihak yang secara langsung dan tidak langsung telah membantu dalam penyusunan laporan penelitian ini.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa laporan penelitian ini masih jauh dari kata sempurna, baik dalam bentuk penyusunan maupun materinya. Oleh dari itu, kritik dan saran yang membangun dari pembaca akan sangat membantu penulis untuk menyempurnakan laporan penelitian ini. Akhir kata, penulis berharap semoga laporan penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandung, 13 Juli 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
SURAT PERNYATAAN	iii
LEMBAR REVISI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL	x
INTISARI	xi
ABSTRACT	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tema Sentral Masalah.....	4
1.3 Identifikasi Masalah.....	4
1.4 Premis	5
1.5 Hipotesis	11
1.6 Tujuan Penelitian	11
1.7 Manfaat Penelitian	11
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	13
2.1 Minyak Kelapa Sawit.....	15
2.2 Fatty Acid Methyl Esters dan Reaksi Pembentukannya	18
2.3 Katalis	22
2.4 Katalis Asam Heterogen pada Esterifikasi FAME	27
2.5 Katalis Poly-vinyl Alcohol	30
2.6 <i>State of The Art</i>	35
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	38
3.1 Bahan	38
3.2 Alat.....	38
3.3 Prosedur Percobaan.....	39
3.4 Analisis	44
3.5 Lokasi dan Rencana Kerja Penelitian	53

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	54
4.1 Analisis Katalis	54
4.2 Analisis Esterifikasi	70
4.3 Perbandingan Katalis PVA/SSA/GA dengan Katalis Komersial DPT-3	73
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	75
5.1 Kesimpulan	75
5.2 Saran	75
DAFTAR PUSTAKA.....	76
LAMPIRAN A MATERIAL SAFETY DATA SHEET	81
LAMPIRAN B METODE ANALISA KARAKTERISTIK KATALIS	92
B.1 Analisis <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	92
B.2 Analisis <i>Thermogravimetric</i> (TGA).....	93
B.3 Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	94
B.4 Analisis <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	95
LAMPIRAN C HASIL ANTARA	96
C.1 Analisa Esterifikasi	96
C.2 Analisa Kapasitas Asam.....	101
C.3 Analisa <i>Swelling Degree</i>	102
C.4 Analisa <i>Degree of crosslinking</i> (DOC)	103
LAMPIRAN D CONTOH PERHITUNGAN	104
D.1 Analisa Esterifikasi	104
D.2 Analisa Kapasitas Asam.....	106
D.3 Analisa <i>Swelling Degree</i>	107
D.4 Analisa <i>Degree of crosslinking</i> (DOC).....	107

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Konsumsi Bahan Bakar Fosil Dunia (Ritchie, dkk., 2020)	1
Gambar 1.2 Penggunaan Biofuel dan Listrik Terbarukan untuk Transportasi Sejak 1990 - 2019 (IEA, 2021).....	2
Gambar 2.1 Reaksi Pembentukan Asam Lemak Bebas (Tambun, dkk., 2019)	16
Gambar 2.2 Struktur <i>Fatty Alcohol</i>	18
Gambar 2.3 Struktur Kimia <i>Fatty Acid Methyl Ester</i>	19
Gambar 2.4 Mekanisme Transesterifikasi Katalis Basa.....	20
Gambar 2.5 Mekanisme Transesterifikasi Katalis Asam (Schuchardt, dkk., 1998).....	20
Gambar 2.6 Reaksi Esterifikasi (Smith, 2010).....	21
Gambar 2.7 Proses adisi nukleofilik pada proses esterifikasi (Smith, 2010)	21
Gambar 2.8 Reaksi pelepasan gugus air (Smith, 2010).....	22
Gambar 2.9 Profile Energi Suatu Reaksi.....	23
Gambar 2.10 Klasifikasi Katalis (Hagen, 2006).....	24
Gambar 2.11 Mekanisme reaksi sulfonasi PS-SO ₃ H.....	28
Gambar 2.12 Sulfonasi PS-DVB	29
Gambar 2.13 Pembentukan poly-vinyl Alcohol dengan Polimerisasi Radikal dari <i>Vinyl Acetate</i>	30
Gambar 2.14 Reaksi Ikatan silang Polivinil Alkohol (PVA) dengan Asam Sulfosuksinat (SSA) (Rynkowska, dkk., 2019).....	32
Gambar 2.15 Protonasi Aldehida	33
Gambar 2.16 Serangan Nukleofilik dan Deprotonasi.....	33
Gambar 2.17 Eliminasi H ₂ O.....	34
Gambar 2.18 Serangan Nukleofilik dan Deprotonasi.....	34
Gambar 2.19 Reaksi ikatan silang poly(vinyl alcohol) dengan glutaraldehida (Figueiredo, dkk., 2009).....	34
Gambar 2.20 Struktur katalis PVA dengan ikatan silang <i>sulfosuccinic acid</i> (SSA) dan <i>glutaraldehyde</i> (GA) (Tsai, dkk., 2010).....	35
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis PVA/SSA	40
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis PVA/SSA/GA	43
Gambar 3.3 Diagram Alir Analisis <i>Swelling Degree</i>	45
Gambar 3.4 Diagram Alir Analisis Kapasitas Asam.....	46
Gambar 3.5 Diagram Alir Analisis Esterifikasi Asam Lemak	50
Gambar 3.6 Diagram Alir Analisis <i>Degree of Crosslinking</i>	52
Gambar 4.1 Katalis PVA/SSA (A) Lembaran film utuh (B) Lembaran film yang diperkecil ..	55
Gambar 4.2 Perbandingan Kapasitas Asam Sebelum Reaksi pada Rentang Temperatur Pemanasan (A) Suhu 30°C (B) 40°C	58
Gambar 4.3 Perbandingan Kapasitas Asam Setelah Reaksi pada Rentang Temperatur Pemanasan (A) Suhu 30°C (B) 40°C	58
Gambar 4.4 Perbandingan <i>Swelling Degree</i>	60
Gambar 4.5 Gugus -OH Bebas yang Berinteraksi dengan Air.....	61
Gambar 4.6 Perbandingan <i>Degree of Crosslinking</i> dengan Variasi Temperatur	63
Gambar 4. 7 Perbandingan <i>Degree of Crosslinking</i> dengan Variasi Temperatur , Waktu Ikatan Silang, dan Pemanasan	64
Gambar 4.8 Hasil Analisis FTIR	65

Gambar 4.9 Hasil Analisis Sampel XRD (A) PVA Murni dan PVA/SSA (B) PVA/SSA/GA	67
Gambar 4.10 Hasil Analisis Sampel dengan SEM (a) C ₂ H ₁ T ₄ O (b)C ₁ H ₂ T ₄ O (c)PVA/SSA (d) PVA Murni	68
Gambar 4.11 Hasil Analisis Sampel dengan Variasi C ₂ H ₁ T ₄ O	68
Gambar 4.12 Hasil TG Analisis TGA	69
Gambar 4.13 Hasil DTG Analisis TGA (A) PVA/SSA/GA C ₂ H ₁ T ₄ O (B) PVA/SSA/GA C ₁ H ₂ T ₄ O	69
Gambar 4.14 Hasil Konversi Esterifikasi Katalis PVA/SSA/GA	73
Gambar B.1 Prinsip Kerja Alat FTIR	92
Gambar B.2 Skema Alat FTIR	93
Gambar B.3 Prinsip Kerja XRD	94
Gambar B.4 Mekanisme Dasar Analisis SEM	95

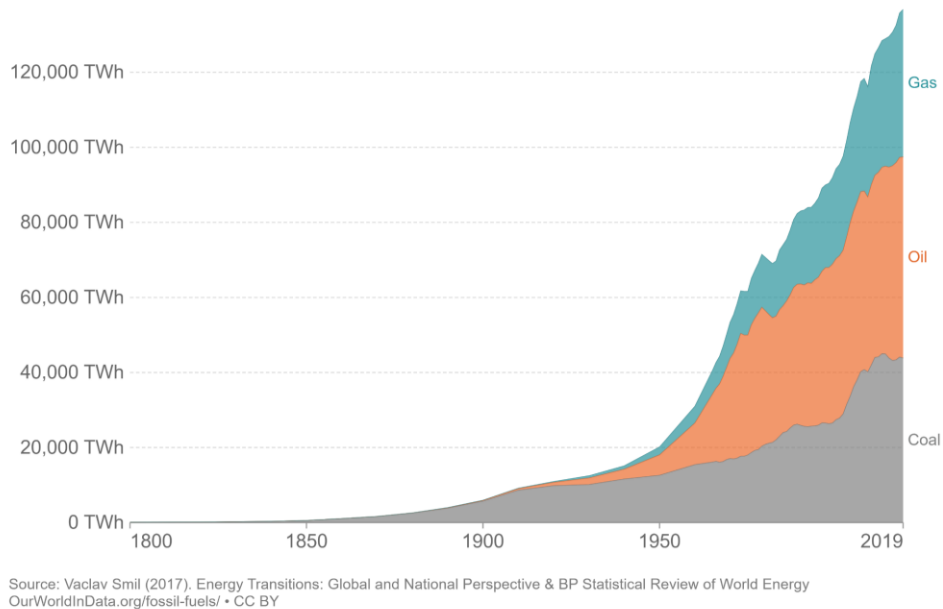
DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Prosedur Pembuatan Katalis PVA dengan Agen <i>Crosslink</i> Asam Sulfosuksinat dan Glutaraldehida	5
Tabel 1.2 Hasil Sintesis Metil Ester	7
Tabel 2.1 Komposisi Asam Lemak Berbagai Minyak (Kemar dkk, 2017).....	14
Tabel 2.2 Klasifikasi agent ikatan silang PVA (Sonker, dkk., 2017).....	31
Tabel 3.1 Bahan Percobaan	38
Tabel 3.2 Variasi Percobaan.....	43
Tabel 3.3 Rencana Kerja Penelitian	53
Tabel 4.1 Hasil Analisis Kapasitas Asam Sebelum dan Sesudah Reaksi Esterifikasi 4 Kali....	56
Tabel 4.2 Hasil Analisis <i>Swelling Degree</i>	59
Tabel 4.3 Hasil Analisis <i>Degree of Crosslinking</i>	62
Tabel 4.4 Hasil Analisis FTIR.....	66
Tabel 4.5 Hasil Konversi Esterifikasi Katalis PVA/SSA/GA	72
Tabel C.1 Hasil Analisis Esterifikasi Katalis	96
Tabel C.2 Perubahan Massa Katalis Setelah Reaksi Esterifikasi	99
Tabel C.3 Perubahan Konversi Setelah Reaksi Esterifikasi	100
Tabel C.4 Analisa Kapasitas Asam Sebelum dan Sesudah Empat Kali Reaksi Esterifikasi...	101
Tabel C.5 Persentase Penurunan Kapasitas Asam Sebelum dan Sesudah Empat Kali Reaksi Esterifikasi	102
Tabel C.6 Hasil Analisa <i>Swelling Degree</i>	102
Tabel C.7 Hasil Analisa <i>Degree of Crosslinking</i> (DOC)	103

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

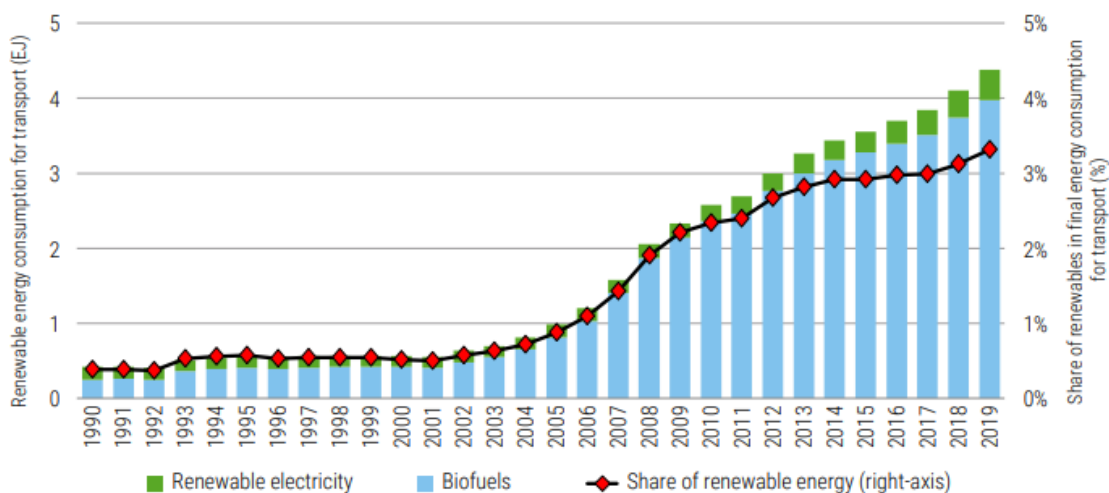
Selama lebih dari 100 tahun, penggunaan energi berbahan dasar fosil meningkat dengan pesat. Hal tersebut dapat dilihat pada **Gambar 1.1** dibawah ini yang merupakan persentase konsumsi bahan bakar fosil secara global,



Gambar 1.1 Konsumsi Bahan Bakar Fosil Dunia (Ritchie, dkk., 2020)

Terlihat bahwa penggunaan gas, minyak, dan batu bara yang berbahan utama fosil meningkat begitu pesat sejak tahun 1950-2019. Peningkatan ini tentunya diikuti dengan penurunan ketersediaan sumber energi berbahan dasar fosil. Apabila tidak dilakukan pengurangan atau pun inovasi dalam mengembangkan sumber energi terbarukan, dapat dipastikan di masa yang akan datang krisis energi dapat terjadi. Berdasarkan *CASE for Southeast Asia Project* (Ilham, 2021) pada akhir tahun 2021 mengenai krisis energi yang dialami oleh Britania Raya dan Eropa, beberapa perusahaan di negara tersebut mengalami kebangkrutan sehingga menyebabkan kelangkaan dari sumber energi fosil dan menyebabkan peningkatan harga terjadi. Apabila peningkatan dari fosil terjadi maka pengurangan penggunaan harus dilakukan dan energi terbarukan menjadi solusi dalam mengurangi ketergantungan terhadap energi berbahan fosil.

Peralihan dari energi berbahan fosil menuju energi terbarukan sudah direncanakan selama satu dekade ini. Jumlah konsumsi dari energi terbarukan pada transportasi menunjukkan peningkatan yang sangat signifikan terlihat dari **Gambar 1.2**. Salah satu energi terbarukan yang mengalami peningkatan secara signifikan adalah biofuel. Peningkatan ini, tentunya merupakan salah satu bentuk dukungan dari pemerintahan yang bijak dalam memperluas penggunaan biofuel dan meningkatkan konsumsi energi sumber terbarukan dalam pembangkitan listrik. Produk biofuel yang cukup terkenal adalah biodiesel yang berpotensi untuk menjadi bahan bakar terbarukan di masa mendatang.



Gambar 1.2 Penggunaan Biofuel dan Listrik Terbarukan untuk Transportasi Sejak 1990 - 2019 (IEA, 2021)

Biodiesel merupakan bahan bakar terbarukan yang berguna bagi mesin diesel dan berbahan baku dari minyak nabati, juga sangat akrab dikenal sebagai produk turunan dari minyak kelapa sawit. Tumbuhan yang sering digunakan antara lain adalah, kelapa sawit, kacang, kelor, saga hutan, kembang pulu, minyak bunga matahari, hingga minyak yang bersifat *offgrade* akibat masa berlaku dan juga penggunaan yang berlebihan. Hingga kini, produksi biodiesel mulai berkembang di beberapa negara dikarenakan beberapa kelebihan yang dimiliki, ramah terhadap lingkungan, aman dan tidak beracun (Budiman, 2004). Biodiesel dihasilkan melalui proses transesterifikasi *free fatty acid* (FFA) dengan alkohol dan juga katalis asam maupun basa. Namun, penggunaan minyak bersifat *offgrade* biasanya diperlukan proses esterifikasi menggunakan metanol dan katalis asam untuk mereduksi tingkat FFA yang sangat tinggi (berpotensi untuk berubah menjadi sabun) sebelum transesterifikasi dilakukan.

Esterifikasi adalah reaksi kimia antara asam organik (RCOOH) dengan alkohol (R'-OH) yang berjalan secara reversibel sehingga terbentuk produk berupa ester (RCOO-R'). Esterifikasi kali ini akan dilakukan untuk mengubah FFA menjadi FAME (*fatty acid methyl ester*) menggunakan katalis PVA tersulfonasi. Katalis yang umum digunakan dalam dunia industri pada esterifikasi FFA menjadi FAME adalah katalis asam dengan *support* polistirena-co-divinilbenzena, seperti Amberlyst 46, Amberlyst 15, DPT-3, dan sebagainya. Sejauh ini katalis tersebut memberikan konversi yang cukup tinggi pada produk yang dihasilkan. Namun, harga yang dimiliki katalis tersebut juga cenderung mahal dan menjadi kurang disukai oleh beberapa perusahaan. Sehingga, beberapa peneliti melakukan inovasi untuk mendapatkan katalis asam dengan *support* yang berbeda, salah satunya adalah polivinil alkohol dalam produksi metil ester.

FAME adalah salah satu produk intermediet turunan minyak kelapa sawit yang memiliki potensi dalam dunia industri. Produk yang paling terkenal salah satunya adalah biodiesel. Selain menjadi produk turunan, FAME ini dapat juga digunakan sebagai prekursor dalam pembuatan *fatty alcohol*. P.T Ecogreen Oleochemicals, salah satu perusahaan yang menggunakan metil ester untuk memproduksi *fatty alcohol*, mengharapkan adanya katalis lain yang jauh lebih murah dengan konversi yang cukup baik. Sehingga, diberikan kesempatan bagi mahasiswa Teknik Kimia Universitas Katolik Parahyangan dalam mengembangkan katalis asam dengan support polivinil alkohol tersulfonasi. Sejauh ini, katalis yang dihasilkan oleh peneliti sebelumnya (Leonardo dan Tanujaya, 2020) dan (Krisnawan dan Halim, 2021) sudah memberikan konversi asam lemak yang cukup baik di tahap pertama esterifikasi tetapi penurunan di tahap-tahap selanjutnya. Hal ini dapat terjadi karena katalis lama kelamaan akan mengalami hidrolisis akibat sifat hidrofilik polivinil alkohol tersulfonasi yang mengakibatkan kekuatan mekaniknya menurun dan mudah hancur sehingga konversinya juga akan menurun. Cara untuk mengatasi hal tersebut adalah perbaikan dari ketahanan mekanik katalis agar dapat menghasilkan konversi yang baik saat digunakan secara berulang dengan menambahkan agen ikatan silang lain. Salah satu agen ikatan silang yang dapat memperbaiki kekuatan mekanik dari PVA-SO₃H merupakan glutaraldehida, dimana ketika dilakukan ikatan silang dengan glutaraldehida, maka sifat hidrofilik dari katalis akan menurun sehingga katalis tidak mudah terhidrolisis. Katalis PVA yang sudah ter-*crosslink* dengan glutaraldehida diharapkan dapat memperbaiki ketahanan mekanik dari katalis ini. Sejauh ini, penelitian mengenai *crosslink* PVA/SSA/GA sudah dilakukan oleh (Tsai, dkk.,

2010) dan penambahan Glutaraldehida ini didapati memperbaiki kepadatan katalis, memberikan sifat hidrofobik, serta ikatan antar molekul yang lebih kuat.

1.2 Tema Sentral Masalah

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti UNPAR, telah didapatkan katalis PVA-SO₃H dengan konversi yang cukup tinggi pada saat digunakan pertama kali. Tetapi, ketika katalis digunakan secara berulang ulang, maka konversi yang diberikan oleh katalis akan menurun secara drastis. Hal ini disebabkan karena rusaknya katalis yang digunakan, sehingga situs asam pada katalis akan berkurang. Untuk mengatasi hal ini, maka diperlukan modifikasi pada katalis PVA-SO₃H. Pada penelitian ini, diharapkan bahwa dengan melakukan modifikasi pada katalis yang digunakan akan memberikan kekuatan mekanik dari katalis yang lebih baik, sehingga konversi yang diperoleh dapat meningkat.

1.3 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka masalah yang dapat diidentifikasi adalah

1. Peningkatan karakteristik katalis PVA-SO₃H dilakukan dengan menambahkan agen ikatan silang glutardehida
2. Penambahan agen ikatan silang kedua ini diharapkan dapat mempertahankan hasil konversi esterifikasi asam lemak dari reaksi kedua hingga keempat.
3. Pengaruh waktu ikatan silang, waktu pemanasan, dan suhu pemanasan terhadap hasil konversi esterifikasi.

1.4 Premis

1.4.1 Pembuatan Katalis PVA dengan Agen *Crosslink*

Tabel 1.1 Prosedur Pembuatan Katalis PVA dengan Agen *Crosslink* Asam Sulfosuksinat dan Glutaraldehyda

Sumber	Bahan Baku	Suhu & Waktu Reaksi	Berat Molekul PVA	Prosedur PVA
Rhim, dkk., 2004	Asam Sulfosuksinat 70%-wt	90°C 6 Jam	89.000 - 98.000	<ul style="list-style-type: none"> - Pelarutan PVA pada air 90°C selama 6 jam. - Larutan PVA dicampur dan diaduk dengan SSA (5 - 30 wt.%) pada suhu kamar selama 24 jam - Larutan tersebut dituangkan dan dicetak di atas pelat - Pengeringan larutan pada suhu 60°C dalam oven konveksi paksa selama 2 jam - Pemanasan membran kering selama 2 jam dalam oven thermostat (120°C, 125°C, 130°C)
Figueiredo, dkk., 2009	Glutaraldehyda	10, 25, 40 °C	85.000 - 146.000	<ul style="list-style-type: none"> - Pelarutan PVA di dalam air distilasi yang dipanaskan pada 100°C sambil diaduk. - Setelah didinginkan pada suhu ruang, GA ditambahkan ke dalam larutan sesuai variasi dengan komposisi akhir PVA 4%-wt. - Larutan yang sudah tercampur dituangkan pada cawan petri dan dikeringkan pada variasi suhu yang sudah ditentukan
Caetano, dkk., 2009	Asam Sulfosuksinat	90°C 6 Jam	72.000	<ul style="list-style-type: none"> - Pelarutan PVA pada air 90°C selama 6 jam. - Larutan PVA tersebut akan dicampur dan diaduk dengan asam sulfosuksinat pada suhu ruang selama 24 jam. - Larutan yang homogen dilarutkan pada plat teflon dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam. - Matriks polimer yang kering dipanaskan pada suhu 120°C selama 2 jam.

Tabel 1.1 Prosedur Pembuatan Katalis PVA dengan Agen *Crosslink* Asam Sulfosuksinat dan Glutaraldehida (Lanjutan)

Sumber	Bahan Baku	Suhu & Waktu Reaksi	Berat Molekul PVA	Prosedur PVA
Witt, dkk., 2010	Kitosan dan Sulfosuksinat	25°C 24 Jam	114.000	<ul style="list-style-type: none"> - Asam sulfosuksinat ditambahkan pada labu ukur yang mengandung chitosan diaduk selama 24 jam. - Larutan tersebut dicampur dengan PVA untuk didapatkan ikatan silang antara kitosan dan SSA. - Campuran tersebut diaduk selama 24 jam dan dituangkan pada piring kaca (suhu kamar). - Padatan akan didapatkan setelah penguapan pelarut terjadi sempurna.
(Tsai, dkk., 2010)	Asam Sulfosuksinat dan Glutaraldehida	70°C 6 Jam	124.000- 186.000	<ul style="list-style-type: none"> - Pelarutan 5 gram PVA ke dalam 80 mL air DI pada suhu 70°C. Diaduk hingga larutan berwarna bening. - Penambahan SSA sambil tetap diaduk pada suhu 70°C selama 6 jam hingga larutan mengental. - Larutan tersebut dituang pada piring plastik dan dioven pada suhu 38°C bersamaan dengan air yang diuapkan di dalamnya hingga kering. - Perendaman padatan membrane pada 0.5M glutaraldehida/ aseton untuk memberikan <i>crosslink</i> tambahan pada PVA-SSA berupa GA. - Pemanasan untuk C1 selama 1 jam, C2 selama 2 jam, H1 selama 1 jam, dan H2 selama 2 jam.
Leonardo, dkk., 2020	Asam Sulfosuksinat	60°C 4 Jam	31.000 - 50.000	<ul style="list-style-type: none"> - Pelarutan air dan PVA pada suhu 90°C selama 40 menit. - SSA ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk pada suhu 40°C selama 15 jam - Larutan dituangkan pada cawan petri dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 4 jam. - Pemanasan dilakukan kembali di dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam. - Pencucian dengan air demin, diaduk selama 30 menit pada suhu ruang.

Tabel 1.1 Prosedur Pembuatan Katalis PVA dengan Agen *Crosslink* Asam Sulfosuksinat dan Glutaraldehida

Sumber	Bahan Baku	Suhu & Waktu Reaksi	Berat Molekul PVA	Prosedur PVA
Krisnawan, dkk., 2021	Asam Sulfosuksinat	40°C 15 Jam	15.000 - 24.000	<ul style="list-style-type: none"> - Pelarutan PVA dan air (sesuai variasi) pada suhu 95°C selama 45 menit. - Penambahan SSA ke dalam larutan PVA dan diaduk pada temperatur 40°C selama 15 jam. - Penuangan larutan ke dalam cawan petri dan dikeringkan pada suhu 70°C selama 4 jam - Pemanasan pada suhu 110°C selama 3 jam untuk perlakuan <i>crosslink</i>

1.4.2 Sintesis Metil Ester

Tabel 1.2 Hasil Sintesis Metil Ester

Sumber	Bahan Baku	Preparasi Katalis	Katalis	Jumlah Penggunaan Katalis	Suhu Operasi	Hasil
Guerreiro, dkk., 2006	<i>Sulfosuccinic Acid, palmitic, stearic, oleic, linoleic acid</i> dan metanol	Katalis di <i>crosslink</i> dengan SSA, dan dilakukan pengeringan	-Nafion 112 & 115 -PVA20 &5 -PVASS20 -D8, D4, D20	3 gram	60 °C	- <i>Swelling degree</i> berbanding terbalik dengan Ikatan silang <i>degree</i> -Situs asam tertinggi berada pada PVA dengan derajat ikatan silang 20

Tabel 1.2 Hasil Sintesis Metil Ester (Lanjutan)

Sumber	Bahan Baku	Preparasi Katalis	Katalis	Jumlah Penggunaan Katalis	Suhu Operasi	Hasil
(Caetano, dkk., 2009)	Asam palmitat, asam oleat, asam stearat, metanol, dan asam sulfosuksinat	Katalis dilarutkan kedalam air dan dilakukan pengeringan	-PS-DVB, dengan derajat ikatan silang 8% dan 2% -Polivinil Alkohol -PVA 20% w SSA dan 40% w SSA	-0,2 gram	60°C dan 80°C	-Terdapat metanol dan etanol <i>Swelling</i> pada katalis PVA -Dengan menggunakan katalis PVA 40%w SSA, didapatkan konversi paling tinggi -Katalis PVA memberikan aktivitas katalis yang lebih tinggi dibandingkan PS -Pada katalis PS, Nilai dari <i>Swelling degree</i> akan berbanding terbalik dengan Ikatan silang <i>degree</i>
Caetano, dkk., 2009	<i>Waste Cooking Oil</i> (WCO)	Katalis di <i>crosslink</i> dengan SSA, dan dilakukan pengeringan	-PVA-SO ₃ H 20%w SSA dan 40%w SSA -PS-DVB	-0,2 gram	60°C dan 80°C	-Terdapat Metanol dan Etanol <i>Swelling</i> pada katalis PVA -Aktivitas katalis PVA-SO ₃ H lebih tinggi dibandingkan PS-SO ₃ H -Terjadi penurunan stabilitas katalis sebesar 10% setelah digunakan 4 kali -Konversi WCO dengan metanol lebih besar dibandingkan menggunakan ethanol

Tabel 1.2 Hasil Sintesis Metil Ester (Lanjutan)

Sumber	Bahan Baku	Preparasi Katalis	Katalis	Jumlah Penggunaan Katalis	Suhu Operasi	Hasil
Ilgen, 2014	Metanol, asam oleat	Penambahan katalis pada suhu 65 °C	-Amberlyst 46	5% wt asam oleat	65°C	<ul style="list-style-type: none"> -Jumlah katalis akan berpengaruh terhadap konversi, tetapi lama kelamaan konversinya tidak akan berubah secara signifikan -Semakin tinggi suhu, maka konversi akan meningkat -Pengaruh waktu terhadap konversi tidak berpengaruh secara signifikan -Kemampuan konversi katalis tidak berubah jauh secara signifikan apabila digunakan secara berulang kali
Leonardo, dkk., 2020	Polivinil Alkohol, Ecoric 3, KOH, HCl, NaOH, Metanol	Pelarutan PVA pada 90 °C lalu dicampur pada 40 °C, dikeringkan pada 60 °C dan dipanaskan pada suhu 110 °C	-PVA-SO ₃ H	0,2 g	60 °C	<ul style="list-style-type: none"> -Kapasitas asam tertinggi ada pada PVA 10/SSA 1 tanpa dicuci -Semakin tinggi SSA, maka kapasitas asam akan naik dan <i>swelling degree</i> berkurang -Semakin tinggi PVA maka kuantitas struktur kristalinitas bertambah dan <i>swelling degree</i> menurun -Katalis PVA/SSA menghasilkan konversi yang tinggi dibandingkan DPT-3, tetapi ketika digunakan kembali, konversinya akan menurun

Tabel 1.2 Hasil Sintesis Metil Ester (Lanjutan)

Sumber	Bahan Baku	Preparasi Katalis	Katalis	Jumlah Penggunaan Katalis	Suhu Operasi	Hasil
Krisnawan, dkk., 2021	Polivinil Alkohol, Ecoric 3, KOH, HCl, NaOH, Metanol	Pelarutan PVA pada 95 °C lalu dicampur pada 40 °C, dikeringkan pada 70 °C dan dipanaskan pada suhu 100 °C	-PVA-SO ₃ H	0,2 g	60 °C	<ul style="list-style-type: none"> -Kapasitas asam tertinggi ada pada PVA 10/SSA 10 -Semakin tinggi SSA, maka kapasitas asam akan naik -Katalis yang tidak <i>swelling</i> akan memberikan konversi yang lebih tinggi dibandingkan katalis yang <i>swelling</i>

1.5 Hipotesis

Hipotesis yang digunakan di penelitian ini adalah,

1. Dengan menambahkan agen ikatan silang glutaraldehida, maka perbaikan karakteristik katalis PVA-SO₃H dapat terjadi;
2. Dengan adanya perbaikan karakteristik dari katalis maka sifat hidrofobik katalis meningkat, sehingga konversi tahap ke dua dan seterusnya dapat memberikan hasil yang lebih baik;
3. Seiring meningkatnya waktu ikatan silang dan suhu pemanasan, maka derajat ikatan silang yang terbentuk akan semakin meningkat;

1.6 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah

1. Melihat pengaruh dari katalis PVA/SSA dengan menambahkan agen ikatan silang berupa glutaraldehida terhadap hasil konversi esterifikasi;
2. Mengetahui pengaruh waktu ikatan silang, waktu pemanasan, dan suhu pemanasan terhadap hasil konversi reaksi, nilai dari rasio *swelling*, *degree of crosslinking*, kapasitas asam, dan kristalinitas katalis.

1.7 Manfaat Penelitian

Dengan melakukan penelitian ini, maka diharapkan bahwa penelitian ini dapat bermanfaat untuk:

A. Industri Bahan Bakar dan *Fatty Alcohol*

Dengan adanya penelitian ini, maka industri yang menggunakan *fatty acid methyl ester* sebagai bahan baku pembuatan *fatty alcohol* dan bahan baku biodiesel akan mendapatkan informasi tentang katalis heterogen selain katalis berbahan polistirena yang dapat memberikan hasil konversi yang lebih baik.

B. Mahasiswa

Dengan adanya penelitian ini, maka mahasiswa dapat mengetahui informasi katalis PVA/SSA/GA tentang kondisi terbaik untuk reaksi *crosslink*, faktor-faktor yang mempengaruhi proses ikatan silang kedua, sehingga kedepannya dapat diketahui kondisi optimum untuk memproduksi *fatty acid methyl ester*.

C. Masyarakat

Dengan adanya penelitian ini, masyarakat dapat menikmati manfaat dari produk yang menggunakan katalis ini, seperti biodiesel untuk bahan bakar transportasi dan *fatty alcohol* yang bermanfaat dalam pembersih alat rumah tangga dengan produksi yang lebih cepat, lebih banyak, dan lebih ekonomis.