

PENGARUH KONSENTRASI DAN JENIS ASAM TERHADAP PERFORMA KATALIS KARBON TERSULFONASI DENGAN METODE HIDROTERMAL

Penelitian

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

oleh :

Prilly Yapply
(6141901091)



Pembimbing :

Prof. Dr. Judy Retti B. Witono, Ir., M.App.Sc.
Herry Santoso, S.T., M.T.M., Ph.D

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

2022

LEMBAR PENGESAHAN

JUDUL : Pengaruh Konsentrasi dan Jenis Asam terhadap Performa Katalis Karbon Tersulfonasi dengan Metode Hidrotermal

CATATAN :

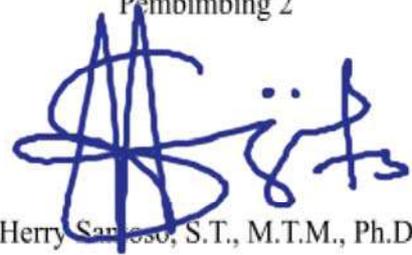
Telah diperiksa dan disetujui,
Bandung, 21 Agustus 2023

Pembimbing 1



Prof. Dr. Judy Retni B. Witono, Ir., M.App.Sc.

Pembimbing 2



Herry Sario, S.T., M.T.M., Ph.D

LEMBAR REVISI

JUDUL : Pengaruh Konsentrasi dan Jenis Asam terhadap Performa Katalis Karbon Tersulfonasi dengan Metode Hidrotermal

CATATAN :

Perbaikan perlu dilakukan sesuai dengan revisi & saran saat sidang

Telah diperiksa dan disetujui,
Bandung, 21 Agustus 2023

Penguji 1



Dr. Ir. Angela Justina Kumalaputri, AMIChemE

Penguji 2



Dr. Tedi Hudaya, BEng, MEngSc, AMIChemE



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

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Prilly Yapply

NPM : 6141901091

dengan ini menyatakan bahwa penelitian dengan judul :

Pengaruh Konsentrasi dan Jenis Asam terhadap Performa Katalis Karbon Tersulfonasi dengan Metode Hidrotermal

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, 21 Agustus 2023



Prilly Yapply
(6141901091)

Intisari

Katalis memiliki peran penting dalam proses industri. Katalis dapat mempercepat sebuah reaksi kimia dengan menurunkan energi aktivasi reaksi tersebut. Salah satu katalis yang sering digunakan dalam proses industri adalah katalis asam heterogen. Salah satu contoh dari katalis asam heterogen yang mulai dikembangkan merupakan katalis berbasis karbon tersulfonasi. Terdapat banyak metode untuk menyintesis katalis berbasis karbon tersulfonasi, salah satunya adalah metode hidrotermal, yang dibagi menjadi dua, yaitu hidrotermal satu tahap dan hidrotermal dua tahap. Metode hidrotermal satu tahap adalah metode dimana karbonisasi dan sulfonasi dilakukan secara bersamaan. Sementara metode hidrotermal dua tahap adalah metode dimana karbonisasi dan sulfonasi dilakukan secara terpisah. Penelitian ini ditujukan untuk mengetahui konsentrasi dan jenis asam dan metode hidrotermal terhadap performa katalis asam heterogen berbasis pati singkong.

Sintesis katalis karbon tersulfonasi dilakukan menggunakan metode hidrotermal satu tahap dan dua tahap menggunakan *p-toluenesulfonic acid* (TsOH) dan *methanesulfonic acid* (MSA) dengan konsentrasi yang berbeda sesuai dengan metode hidrotermal yang digunakan. Proses hidrotermal dilakukan dengan pemanasan pada 180°C selama 24 jam menggunakan bahan baku pati singkong. Aktivitas katalitik akan diuji dengan reaksi esterifikasi asam oleat dengan metanol. Sedangkan karakteristik katalis akan diuji dari gugus asam atau *acid site density*.

Percobaan ini menghasilkan nilai *acid site density* sebesar 0,2332 mmol/g untuk TsOH dan 0,1412 mmol/g untuk MSA, dan nilai perolehan metil oleat sebesar 80,67% untuk TsOH dan 77,42% untuk MSA pada percobaan menggunakan metode hidrotermal satu tahap. Sementara untuk metode hidrotermal dua tahap, dihasilkan nilai *acid site density* sebesar 0,2425 mmol/g untuk TsOH dan 0,1867 mmol/g untuk MSA, dan nilai perolehan metil oleat sebesar 73,87% untuk TsOH dan 90,49% untuk MSA. Hasil tersebut membuat metode hidrotermal satu tahap lebih disukai karena menggunakan konsentrasi asam yang lebih kecil namun memperoleh hasil yang tidak berbeda signifikan dengan metode hidrotermal dua tahap, yang menggunakan konsentrasi asam jauh lebih besar.

Kata kunci: katalis, asam, heterogen, pati, metode hidrotermal, karbon, sulfonasi, TsOH, MSA, *acid site density*, esterifikasi

Abstract

Catalysts play a significant role in industrial processes. Catalysts can accelerate a chemical reaction by lowering the activation energy of the reaction. One of the catalysts frequently used in industrial processes is heterogeneous acid catalyst. An example of a developed heterogeneous acid catalyst is sulfonated carbon-based catalyst. There are various methods for synthesizing sulfonated carbon-based catalysts, one of which is the hydrothermal method, divided into one-step hydrothermal and two-step hydrothermal methods. In the one-step hydrothermal method, carbonization and sulfonation are carried out simultaneously. On the other hand, the two-step hydrothermal method involves separate carbonization and sulfonation steps. This study aims to determine the concentration and type of acid, as well as the hydrothermal method's impact on the performance of cassava starch-based heterogeneous acid catalyst.

The synthesis of sulfonated carbon-based catalysts is conducted using one-step and two-step hydrothermal methods with different concentrations of p-toluenesulfonic acid (TsOH) and methanesulfonic acid (MSA) based on the chosen hydrothermal method. The hydrothermal process is conducted by heating at 180°C for 24 hours using cassava starch as the raw material. The catalytic activity will be tested through the esterification reaction of oleic acid with methanol. Meanwhile, the catalyst's characteristics will be examined based on acid groups or acid site density.

This experiment yields an acid site density value of 0.2332 mmol/g for TsOH and 0.1412 mmol/g for MSA, with a methyl oleate yield of 80.67% for TsOH and 77.42% for MSA in the experiment using the one-step hydrothermal method. In contrast, for the two-step hydrothermal method, the acid site density values are 0.2425 mmol/g for TsOH and 0.1867 mmol/g for MSA, with a methyl oleate yield of 73.87% for TsOH and 90.49% for MSA. These results make the one-step hydrothermal method more favorable due to its usage of a smaller acid concentration, while still achieving results not significantly different from the two-step hydrothermal method, which requires a much higher acid concentration.

Keywords: *catalyst, acid, heterogeneous, starch, hydrothermal method, carbon, sulfonation, TsOH, MSA, acid site density, esterification.*

KATA PENGANTAR

Penulis memanjatkan puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa karena kasih-Nya yang besar telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penelitian ini dengan tepat waktu. Penelitian berjudul “Pengaruh Konsentrasi dan Jenis Asam terhadap Performa Katalis Karbon Tersulfonasi dengan Metode Hidrotermal” ini penulis susun sebagai salah satu bentuk prasyarat kelulusan Sarjana Teknik Kimia, yang ditempuh pada Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan. Penelitian ini tidak dapat terselesaikan dengan baik jika tidak dibantu dan didampingi oleh:

1. Herry Santoso, S.T., M.T.M., Ph.D., selaku dosen pembimbing pertama yang telah membantu penulis dalam proses penyusunan laporan penelitian;
2. Prof. Dr. Judy Retti B. Witono, Ir., M.App.Sc., selaku dosen pembimbing kedua yang telah membantu penulis dalam proses penyusunan laporan penelitian;
3. Orangtua dan keluarga penulis yang telah memberikan dukungan dan semangat kepada penulis untuk menyelesaikan laporan penelitian;
4. Rahadian Imanuel Hadinata, yang telah memberikan dukungan dalam proses penyelesaian laporan penelitian; dan
5. Semua pihak yang turut serta membantu penulis dalam proses penyusunan laporan penelitian.

Penulis menyadari tanpa orang-orang yang telah disebutkan, penelitian ini tidak dapat terselesaikan dengan baik. Penulis juga menyadari bahwa penelitian ini masih memiliki banyak kekurangan, oleh karena itu kritik dan saran yang sifatnya membangun diharapkan. Akhir kata, penulis mengharapkan melalui penelitian ini, pengetahuan pembaca dapat diperluas.

Bandung, 21 Agustus 2023

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	i
SURAT PERNYATAAN	ii
LEMBAR REVISI	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
Intisari	viii
<i>Abstract</i>	ix
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	2
1.2 Tema Sentral Masalah	2
1.3 Premis	3
1.4 Identifikasi Masalah	5
1.5 Tujuan Penelitian	5
1.6 Hipotesis Penelitian	5
1.7 Manfaat Penelitian	5
1.7.1 Bagi Ilmuwan	5
1.7.2 Bagi Dunia Industri	5
1.7.3 Bagi Lingkungan	6
BAB II	6
TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Katalis	7
2.2 Jenis Katalis	8
2.2.1 Katalis Homogen dan Heterogen	8
2.2.2 Katalis Asam dan Basa	9
2.3 Katalis Asam Heterogen	9
2.4 Katalis Asam Padat Berbasis Karbon Tersulfonasi	10
2.4.1 Karbonisasi Langsung Tidak Sempurna Menggunakan H ₂ SO ₄	14
2.4.2 Pirolisis Sulfonasi	14
2.4.3 Impregnasi	15
2.4.4 Pirolisis Sulfonasi dengan Impregnasi	17
2.4.5 Karbonisasi Hidrotermal	18
2.4.5.1 Karbonisasi Hidrotermal Satu Tahap	18
2.4.5.2 Karbonisasi Hidrotermal Dua Tahap	20

2.5 Uji Analisis Performa Katalis	20
2.5.1 Analisis Gugus Asam Katalis	20
2.5.2 Analisis Perolehan Metil Oleat	21
2.5.3 Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	23
2.6 Perbandingan Metode Sintesis Katalis	23
BAB III	27
METODE PENELITIAN	27
3.1 Pembuatan Katalis Berbahan Dasar Pati	27
3.1.1 Cara Kerja Pembuatan Katalis	28
3.1.2 Cara Kerja Pembuatan Katalis	29
3.1.3 Cara Kerja Pembuatan Katalis	29
3.2 Analisis Sifat-sifat Katalis	30
3.2.1 Penentuan Hasil Konversi	30
3.2.1.1 Cara Kerja Penentuan Hasil Konversi	31
3.2.1.2 Sistemasi Cara Kerja Analisa Kadar Free Fatty Acid (FFA)	32
3.2.2 Penentuan Gugus Asam	32
3.2.2.1 Sistemasi Cara Kerja Penentuan Gugus Asam	33
3.3 Variabel Percobaan	33
3.4 Lokasi dan Jadwal Kerja	34
BAB IV	35
HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1 Pembuatan Katalis dengan Metode Hidrotermal Satu Tahap	35
4.2 Pembuatan Katalis dengan Metode Hidrotermal Dua Tahap	40
BAB V	44
KESIMPULAN DAN SARAN	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN A	48
LEMBAR DATA KESELAMATAN BAHAN	48
A.1 Etanol	48
A.2 <i>p-Toluene Sulfonic Acid</i>	49
A.3 <i>Methane Sulfonic Acid</i>	50
A.4 Isopropil Alkohol	51
A.5 Indikator Fenolftalein	52
A.6 Natrium Hidroksida	54
A.7 Natrium Klorida	55
A.8 Kalium Hidroksida	56
A.9 Asam Oksalat	58

LAMPIRAN B	61
HASIL ANTARA	61
B.1 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal satu tahap (pencucian menggunakan air dan etanol)	61
B.2 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal satu tahap (pencucian menggunakan air)	61
B.3 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal satu tahap (pencucian menggunakan air dan pengeringan dilakukan dua kali)	61
B.4 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal dua tahap	61
LAMPIRAN C	62
CONTOH PERHITUNGAN	62
C.1 Standardisasi NaOH	62
C.2 Standardisasi KOH	62
C.3 Perhitungan Acid Site Density	62
C.4 Perhitungan Konversi FFA	62

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur amilosa	13
Gambar 2.2 Struktur amilopektin	13
Gambar 2.3 pembuatan katalis berbasis karbon tersulfonasi dengan metode karbonisasi tidak sempurna menggunakan H ₂ SO ₄	14
Gambar 2.4 kurva perolehan metil oleat yang dikatalisis berbagai katalis dari bahan baku berbeda terhadap waktu reaksi	15
Gambar 2.5 incipient-wetness impregnation	16
Gambar 2.6 hasil unjuk kerja katalis dari katalis karbon tersulfonasi	18
Gambar 2.7 Karbonisasi hidrotermal satu langkah yang dimodifikasi Nata, dkk., dari cara kerja Xiao, dkk., 2008	19
Gambar 2.8 Mekanisme reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam heterogen	22
Gambar 3.1 Autoklaf <i>stainless steel</i> berlapis Teflon 100 mL	27
Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan katalis dengan proses hidrotermal satu tahap (pengeringan dua kali dan pencucian menggunakan air)	28
Gambar 3.3 Diagram alir pembuatan katalis dengan proses hidrotermal satu tahap (pengeringan satu kali dan pencucian menggunakan air dan etanol)	29
Gambar 3.4 Diagram alir pembuatan katalis dengan proses hidrotermal dua tahap (karbonisasi hidrotermal dilanjut sulfonasi terpisah)	30
Gambar 3.5 Diagram alir reaksi esterifikasi asam oleat	31
Gambar 3.6 Diagram alir analisis kadar FFA	32
Gambar 3.7 Diagram alir analisis penentuan gugus asam	33
Gambar 4.1 Grafik perbandingan pencucian katalis tersulfonasi dengan air saja dan dengan air + etanol	37
Gambar 4.2 Hasil esterifikasi hidrotermal satu tahap (pencucian dengan air dan pengeringan dua kali)	40
Gambar 4.3 Rangkaian proses sulfonasi	41
Gambar 4.4 Hasil esterifikasi hidrotermal dua tahap	42
Gambar 4.5 Analisis XRD karbon yang dihasilkan dari pati yang diberlakukan	62

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati	
Tabel 1.2 Variasi percobaan pembuatan katalis asam heterogen	4
Tabel 2.1 Aktivitas katalitik dan perolehan metil oleat untuk berbagai macam katalis	11
Tabel 2.3 Perbandingan kelebihan dan kekurangan dari berbagai metode sintesis katalis	23
Tabel 2.4 Perbandingan sintesis katalis menggunakan metode hidrotermal	25
Tabel 3.1 Rancangan percobaan	33
Tabel 3.2 Jadwal pelaksanaan percobaan	34
Tabel 4.1 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal satu tahap (pencucian menggunakan air dan etanol)	35
Tabel 4.2 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal satu tahap (pencucian menggunakan air)	37
Tabel 4.3 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal satu tahap (pencucian menggunakan air dan pengeringan dilakukan dua kali)	38
Tabel 4.4 Hasil uji katalis menggunakan metode hidrotermal dua tahap	41

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Katalis adalah suatu zat yang dapat mempercepat sebuah reaksi, tanpa dikonsumsi oleh reaksi tersebut. Katalis memiliki sifat yang dapat mempengaruhi kecepatan reaksi, tanpa mengalami perubahan kimiawi pada akhir reaksi. Proses yang dilakukan oleh katalis tersebut disebut sebagai katalisis. Katalis dapat mempercepat reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi reaksi. Energi aktivasi reaksi sendiri merupakan jumlah energi minimum yang dibutuhkan oleh reaksi agar reaksi tersebut dapat berlangsung. Katalis juga tidak mengubah atau menggeser kesetimbangan reaksi, termasuk semua sifat termodinamikanya. Katalis hanya berpengaruh terhadap sifat kinetika reaksi. Katalis juga bekerja pada temperatur operasi optimum yang dimiliki katalis tersebut. Fungsi katalitik katalis secara umum terbagi menjadi tiga bagian: 1) aktivitas (berkaitan dengan kemampuannya mempercepat reaksi), 2) selektivitas (berkaitan dengan kemampuannya mengarahkan suatu reaksi), dan 3) stabilitas (berkaitan dengan kemampuannya menahan hal-hal yang dapat menyebabkan terjadinya deaktivasi katalis).

Katalis sendiri terbagi menjadi dua golongan umum yaitu katalis heterogen (katalis dan produk memiliki fasa yang berbeda) dan homogen (katalis dan produk memiliki fasa yang sama), yang pada dua bagian tersebut terdapat katalis asam dan basa.

Katalis basa homogen merupakan jenis katalis yang umum digunakan dalam pembuatan biodiesel karena beberapa keuntungan yang dimilikinya. Namun, katalis basa homogen tidak dapat digunakan jika kandungan *Free Fatty Acid* (FFA) bahan baku minyak lebih besar dari 0.5%. Penggunaan katalis basa juga dapat menghasilkan produk samping gel dan sabun. Sementara katalis asam homogen dapat digunakan jika bahan baku minyak memiliki kandungan FFA lebih besar dari 1%.

Selanjutnya terdapat katalis basa heterogen, yang pada penggunaannya produk akhir akan lebih mudah dipisahkan karena katalis dan produk memiliki fasa yang berbeda. Katalis ini juga dapat digunakan berulang kali, namun biaya yang dibutuhkan untuk memproduksi katalis ini cukup tinggi. Terakhir merupakan katalis asam heterogen, sama seperti katalis basa heterogen, produk dan katalis dapat lebih mudah dipisahkan. Jumlah limbah yang terbentuk menggunakan katalis asam heterogen juga berkurang. Katalis jenis ini sangat berpotensi untuk menggantikan katalis asam homogen untuk menghilangkan masalah korosi dan kerusakan lingkungan yang dapat timbul (Pratama dan Osmond, 2015).

Katalis berbasis karbon tersulfonasi yang dibuat menggunakan bahan baku pati merupakan salah satu contoh katalis asam heterogen yang berkembang dengan cepat. Terdapat beberapa metode untuk menyintesis katalis berbasis karbon tersulfonasi, salah satunya merupakan metode karbonisasi hidrotermal.

Metode karbonisasi hidrotermal adalah metode yang digunakan untuk memasukkan gugus fungsi tertentu ke dalam kerangka karbon yang nantinya akan terbentuk material polisiklik aromatik. Metode ini memiliki beberapa keuntungan dibandingkan dengan metode sintesis lainnya, seperti lebih murah, ramah lingkungan, dilakukan pada temperatur yang relatif rendah, dan sifat penggunaan kembali dari katalis yang disintesis dengan metode ini cukup tinggi. Metode karbonisasi hidrotermal sebenarnya terbagi menjadi dua, yaitu hidrotermal dua tahap dan satu tahap. Pada hidrotermal dua tahap, karbon diperlakukan secara hidrotermal terlebih dahulu baru setelah itu disulfonasi secara terpisah. Jenis asam yang dapat digunakan pada metode hidrotermal bermacam-macam, contohnya adalah *p-toluenesulfonic acid* (TsOH), asam sulfat (H_2SO_4), *methanesulfonic acid* (MSA), *hydroxyethyl sulfonate acid* (HESA), dll. Telah banyak penelitian yang menggunakan TsOH sebagai asam untuk penambah gugus sulfonat. Penelitian-penelitian tersebut menunjukkan hasil yang memuaskan dengan menggunakan TsOH, namun belakangan ini, telah dicoba penggunaan MSA karena sifatnya yang lebih ramah lingkungan sebagai jenis turunan asam sulfat. Sehingga penelitian ini akan membandingkan antara penggunaan TsOH dan MSA dalam pembuatan katalis menggunakan metode hidrotermal, dengan TsOH sebagai pembandingnya.

Katalis asam heterogen dapat dibuat dengan menggunakan bahan baku pati atau biomassa lainnya yang memiliki gugus fungsi gula. Lou, dkk., 2008 menyintesis katalis karbon tersulfonasi berbahan dasar pati dengan kandungan kandungan amilosa sebesar 28% dan kandungan amilopektin sebesar 72%. Kandungan amilopektin yang tinggi tersebut menghasilkan aktivitas katalitik yang baik.

Tabel 1.1 Kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati

Jenis Pati	Pati Singkong	Pati Jagung	Pati Kentang
Kandungan Amilosa	20-25%	25-30%	20-25%
Kandungan Amilopektin	75-80%	70-75%	75-80%

1.2 Tema Sentral Masalah

Katalis asam heterogen berbasis biomassa telah menunjukkan hasil yang memuaskan. Namun, terdapat beberapa permasalahan dalam jenis asam yang digunakan untuk menempelkan gugus sulfonat kepada karbon yang telah dihasilkan dari perlakuan karbonisasi hidrotermal. Asam sulfat yang sering digunakan pada metode sintesis katalis ini merupakan asam yang korosif dan tidak *biodegradable*, dan juga diperlukan pengolahan limbah secara terpisah jika asam sulfat digunakan. Dari permasalahan tersebut, solusi yang ingin ditemukan adalah penggunaan alternatif asam lain yang bersifat lebih ramah lingkungan yang dapat menghasilkan katalis dengan unjuk kerja yang memuaskan.

1.3 Premis

1. Proses hidrotermal satu tahap dilakukan pada temperatur 180°C selama 4 jam menggunakan TEOS sebagai *support*, asam hidroksietil sulfonat. Produk yang dihasilkan dikeringkan pada *vacuum oven* pada temperatur 100°C selama 24 jam (Lu, dkk., 2011).
2. Bahan baku yang digunakan adalah glukosa, yang proses hidrotermalnya dilakukan pada autoklaf *stainless steel* 100 mL yang dilapisi Teflon (Xiao, dkk., 2010).
3. Reaksi esterifikasi menggunakan asam oleat dan metanol dengan rasio asam oleat: metanol sebesar 1:10 dengan berat katalis 5% dari berat asam oleat (Witono, dkk., 2017).
4. Proses hidrotermal dengan pati dan asam sulfat (1 mol/L) (pH = 3) dilakukan pada temperatur 199,85°C selama 24 jam (Liu, dkk., 2019).
5. Proses hidrotermal dengan pati 2 g dan 10 mL H₂SO₄ pekat dilakukan selama 24 jam pada temperatur 180°C (Hoseinabadi dan Pourmousavi, 2017).
6. Katalis gula memiliki aktivitas katalitik 67 $\mu\text{mol min}^{-1}$ dan perolehan metil oleat sebesar 95%, paling tinggi dibandingkan *sulphonated zirconia*, *amberlyst 15*, dan *niobic acid* (Clohessy dan Kwapinski, 2020).
7. Percobaan menggunakan glukosa, *xylose*, maltosa monohidrat, sukrosa, dan pati kentang digunakan sebagai bahan baku yang dipanaskan selama 24 jam pada temperatur 180°C (Titirici, dkk., 2017).
8. Percobaan menggunakan impregnasi TsOH, MSA, dan asam sulfat pekat sebanyak 100 mL dengan bahan baku karbon aktif, yang dicuci dengan air deionisasi dan dikeringkan pada temperatur 105°C selama 2 jam (Ansanay, dkk., 2021).

Tabel 1.2 Variasi percobaan pembuatan katalis asam heterogen

No	Jenis Asam	Bahan Baku	Alat	Hidrotermal		Penggunaan Support	Pengeringan		Karakteristik Katalis		Esterifikasi Rasio asam oleat:metanol	Sumber Pustaka
				Temperatur/°C	Waktu/h		Temperatur/°C	Waktu/h	Luas Perm/m ² g ⁻¹	Yield metil oleat/%		
1	Asam hidroksietilsulfonat	-	-	180	4	✓	100	24	532	-	-	Lu, dkk.,2011
2	Asam sulfat	Glukosa	autoklaf stainless steel 100 mL	-	-	-	-	-	-	-	-	Xiao, dkk.,2010
3	Asam sulfat	Pati jagung	-	180	24	-	-	-	-	84,7	1:10	Witono, dkk., 2017
4	Asam sulfat (1 mol/L)	Pati	-	199,85	24	-	80	24	-	-	-	Liu, dkk., 2019
5	Asam sulfat pekat (10 mL)	Pati	-	180	24	-	-	-	-	-	-	Hoseinabadi dan Pourmousavi, 2017
6	Asam sulfat	Glukosa	-	-	-	-	-	-	-	95	-	Clohesy dan Kwapinski, 2020
7	Asam sulfat	Glukosa	-	180	24	-	-	-	-	-	-	Titirici, dkk., 2017
		Xylose										
		Maltosa monohidrat										
		Sukrosa										
		Pati kentang										
8	<i>Methanesulfonic acid</i>	Karbon aktif	-	-	-	-	105	2	668,9	-	-	Ansanay, dkk., 2021
	<i>p-Toluenesulfonic acid</i>								317,8			
	Asam sulfat								734,5			

1.4 Identifikasi Masalah

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi MSA dan TsOH di dalam reaksi esterifikasi asam oleat dan metanol?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi MSA dan TsOH terhadap gugus asam katalis?
3. Apa perbedaan metode hidrotermal satu tahap dan dua tahap dengan menggunakan MSA dan TsOH?

1.5 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dan jenis asam (MSA dan TsOH) terhadap performa katalis asam heterogen berbasis pati singkong yang dihasilkan melalui proses hidrotermal satu tahap dan dua tahap.

1.6 Hipotesis Penelitian

1. Jika konsentrasi MSA dan TsOH tinggi, maka gugus asam katalis yang dihasilkan akan tinggi dan perolehan metil oleat dari reaksi esterifikasi asam oleat dan metanol tinggi.
2. Penggunaan TsOH akan menghasilkan gugus asam katalis dan perolehan metil oleat dari reaksi esterifikasi asam oleat dan metanol yang lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan MSA dengan basis nilai pKa.

1.7 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan akan memberikan manfaat kepada ilmuwan, industri, dan lingkungan.

1.7.1 Bagi Ilmuwan

1. Meluaskan wawasan ilmuwan dalam pengembangan pembuatan katalis asam heterogen berbasis karbon.
2. Mengetahui konsentrasi MSA dan TsOH yang paling baik untuk katalis berbasis karbon dengan metode hidrotermal satu tahap dan dua tahap.

1.7.2 Bagi Dunia Industri

1. Menemukan cara efektif untuk memperbaiki hasil dan kualitas produk yang dihasilkan.

2. Menurunkan *operational cost* dengan menggunakan katalis asam padat heterogen berbasis karbon.

1.7.3 Bagi Lingkungan

1. Mengurangi limbah cair yang dihasilkan dari produksi katalis dengan metode lain.
2. Menghasilkan katalis dengan metode yang lebih ramah lingkungan.