

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Katalis**

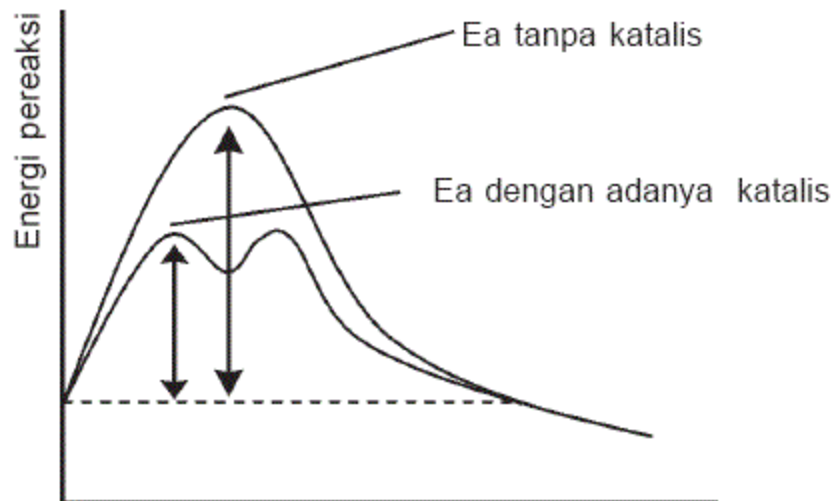
Katalis adalah suatu senyawa, yang ketika ditambahkan ke dalam suatu reaksi dapat mengurangi energi aktivasi dan meningkatkan laju reaksi. Jumlah katalis tidak berubah selama reaksi karena tidak dikonsumsi sebagai bagian dari proses reaksi (Halimah, 2018)

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat meningkatkan laju reaksi tetapi tidak dikonsumsi oleh reaksi. Katalis digunakan secara luas baik di alam, laboratorium dan industri. Katalis merupakan zat yang mampu meningkatkan laju suatu reaksi kimia agar reaksi tersebut dapat berjalan lebih cepat.

Dalam suatu reaksi sebenarnya katalis ikut terlibat, tetapi pada akhir reaksi terbentuk kembali seperti bentuknya semula. Dengan demikian, katalis tidak memberikan tambahan energi pada sistem dan secara termodinamika tidak dapat mempengaruhi keseimbangan. Katalis mempercepat reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi reaksi. Penurunan energi aktivasi tersebut terjadi sebagai akibat dari interaksi antara katalis dan reaktan. Katalis menyediakan situs-situs aktif yang berperan dalam proses reaksi. Situs-situs aktif ini dapat berasal dari ion-ion yang terdeposit pada permukaan atau dapat pula berasal dari permukaan sendiri. Ion-ion tersebut umumnya adalah ion-ion transisi yang menyediakan orbital kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Wijayanto, dkk., 2015).

Menurut Utomo dan Endang (2007), katalis adalah substansi yang dapat meningkatkan laju reaksi pada suatu reaksi kimia yang mendekati kesetimbangan dimana katalis tersebut tidak terlibat secara permanen. Kata kunci pada definisi ini adalah permanen, karena terdapat cukup bukti bahwa katalis dan reaktan saling berinteraksi sebelum terjadinya suatu zat antara (intermediate) yang reaktif. Dari zat antara tersebut akan terbentuk suatu produk. Interaksi katalis dengan reaktan dapat terjadi secara homogen (mempunyai fasa yang sama) maupun heterogen (mempunyai fasa yang berbeda). Katalis meningkatkan laju reaksi dengan cara

mempengaruhi energi pengaktifan suatu reaksi kimia. Keberadaan katalis akan menurunkan energi pengaktifan, sehingga reaksi dapat berjalan dengan cepat . Diagram reaksi tanpa dan dengan katalis disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram Reaksi Katalis

Semua katalisator mempunyai sifat yang sama, yaitu :

- Katalisator tidak berubah selama reaksi berlangsung, namun ada kemungkinan katalisator ikut dalam reaksi tetapi setelah reaksi berakhir, katalisator tersebut diperoleh kembali.
- Katalisator tidak mempengaruhi letak kesetimbangan, juga tidak mempengaruhi besarnya tetapan kesetimbangan, sebab semua reaksi berakhir dengan kesetimbangan.
- Katalisator tidak dapat mengawali suatu reaksi, reaksi yang dikatalisir harus sudah berjalan walaupun sangat lambat.
- Katalisator yang diperlukan untuk mempercepat reaksi biasanya hanya sedikit namun pada umumnya jumlah katalisator juga mempengaruhi kecepatan reaksi (Marhusari, 2009).

Katalis biasanya disusun oleh komponen-komponen yang dapat menunjang sifat dan fungsi katalitik yang diinginkan. Komponen tersebut antara lain:

- Support  
Merupakan komponen katalis berupa benda padat yang kuat. Sifat padatan yang dipertimbangkan dalam pemilihan support adalah kekuatan mekanik,

kestabilan pada rentang kondisi reaksi, luas permukaan yang besar, porositas, harga tidak terlalu mahal, dan inert. Pemilihan support sangat penting dalam proses pembuatan katalis heterogen. Support akan menentukan luas permukaan, porositas, stabilitas, aktifitas dan selektifitas katalis.

Contoh support yang paling banyak digunakan misalnya alumina, silika alumina, carbon, zeolit, dll.

- Promotor

Promotor merupakan komponen katalis, selektifitas atau kestabilan katalis. Promotor dibedakan menjadi promotor tekstual yang berfungsi sebagai penstabil dan promotor struktural yang mengarahkan terbentuknya struktur intermediet tertentu.

- Fasa Aktif

Fasa aktif merupakan pengemban fungsi utama katalis yaitu mempercepat dan mengarahkan reaksi. Pada umumnya fasa aktif didispersikan pada support dan berjumlah maksimal 1% dari seluruh katalis yang ada (Wendari, 2016).

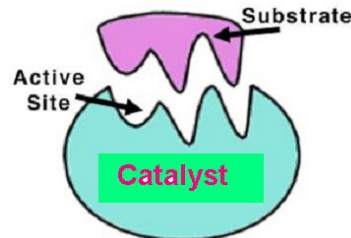
Berdasarkan tingkat kepentingannya, komponen inti katalis dapat dibedakan menjadi tiga bagian diantaranya:

1. Selektifitas adalah kemampuan katalis untuk memberikan produk reaksi yang diinginkan (dalam jumlah tinggi) dari sejumlah produk yang mungkin dihasilkan.
2. Aktifitas adalah kemampuan katalis untuk mengubah bahan baku menjadi produk yang diinginkan.
3. Stabilitas adalah sebuah katalis untuk menjaga aktifitas, produktifitas dan selektifitas dalam jangka waktu tertentu.

## **2.2 Katalis Heterogen**

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan fasa reaktan. Reaksi katalisis heterogen biasanya menggunakan katalis dari fase padat yang berinteraksi dengan reaktan pada fase yang berbeda yaitu gas atau cair. Pada umumnya, reaksi antara reaktan dan katalis heterogen terjadi di permukaan katalis (Dewi, dkk., 2016).

Satu contoh sederhana untuk katalisis heterogen yaitu bahwa katalis menyediakan suatu permukaan di mana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjerap. Ikatan dalam substrat-substrat menjadi sedemikian lemah sehingga memadai terbentuknya produk baru. Ikatan antara produk dan katalis lebih lemah, sehingga akhirnya terlepas. Berikut ini adalah gambar katalis heterogen.



Gambar 2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen terdiri atas dua jenis yaitu katalis heterogen yang bersifat asam dan katalis heterogen yang bersifat basa. Beberapa katalis heterogen telah disintesis baik yang bersifat asam maupun basa. Katalis basa heterogen yang paling umum digunakan adalah senyawa-senyawa oksida ion seperti oksida ion alkali dan alkali tanah seperti MgO, CaO, SrO dan BaO sebagai katalis transesterifikasi minyak nabati (Wijayanto, dkk., 2015).

Katalis heterogen memiliki keuntungan dibandingkan dengan katalis homogen. Katalis heterogen mudah dipisahkan dari produk reaksi, lebih tahan terhadap asam lemak bebas yang terkandung di dalam bahan baku tanpa melalui reaksi saponifikasi sehingga memungkinkan untuk melakukan reaksi transesterifikasi dan esterifikasi sekaligus dengan bahan baku yang mengandung kadar asam lemak bebas yang tinggi, baik bahan baku yang berasal dari hewan maupun yang berasal dari tumbuhan. Selain itu, katalis heterogen dapat diregenerasi dan digunakan beberapa kali sehingga sangat ekonomis.

Menurut Rakhmad, dkk, (2017) Keuntungan menggunakan katalis basa heterogen adalah mempunyai aktivitas yang tinggi, kondisi reaksi yang ringan, masa hidup katalis yang panjang biaya katalis yang rendah, tidak korosif, ramah lingkungan dan menghasilkan sedikit masalah pembuangan, dapat dipisahkan dari larutan produksi sehingga dapat digunakan kembali. Namun katalis basa heterogen ini tetap lebih baik untuk digunakan dalam proses transesterifikasi minyak nabati menjadi metil ester dibandingkan dengan katalis basa homogen. Karena masalah

pemisahan katalis dari zat pereaksi maupun produk lebih sering dijumpai pada katalis basa homogen. Katalis basa homogen larut dalam campuran sehingga pemisahan tidak cukup dilakukan dengan penyaringan dan teknik yang umum digunakan adalah destilasi atau ekstraksi produk dari campuran. Sedangkan teknik pemisahan katalis basa heterogen tidak terlalu sulit, pemisahannya dapat dilakukan dengan filtrasi atau dekantasi.

Adapun perbedaan karakteristik antara katalis heterogen dan katalis homogen dapat dilihat pada tabel 1 yang ada di bawah ini.

Tabel 1. Karakteristik Katalis Homogen dan Heterogen

Karakteristik	Katalis Heterogen	Katalis Homogen
Pusat reaktif	Hanya pada permukaan	Semua
Konsentrasi yang dibutuhkan	Tinggi	Rendah
Jumlah pemakaian	Banyak	Kecil
Massa difusi	Terjadi	Tidak terjadi
Selektifitas	Rendah	Tinggi
Stoikiometri	Tidak dikenal	Dapat diketahui
Modifikasi	Sukar	Mudah
Kondisi reaksi	Tinggi	Sedang
Pemisahan katalis dan produk	Mudah	Sulit

Berikut ini adalah mekanisme reaksi katalisis heterogen secara umum adalah sebagai berikut:

1. Difusi molekul reaktan ke permukaan katalis
2. Adsorpsi reaktan pada permukaan katalis.
3. Reaksi difusi reaktan pada permukaan katalis.
4. Reaksi dalam lapisan adsorpsi.
5. Desorpsi produk reaksi dari permukaan katalis.
6. Abfusi pada produk keluar dari permukaan katalis

Mekanisme katalisis heterogen menurut Langmuir-hinshelwood

1. Atom A dan B teradsorpsi ke permukaan katalis.
2. Atom A dan B berdifusi melalui permukaan.
3. Atom A dan B berinteraksi satu sama lain.
4. Sebuah molekul terbentuk dan terjadi desorpsi

Mekanisme katalisis heterogen menurut Rideal-Eley

1. Atom A diadsorpsi oleh permukaan katalis (k).

Difusi adalah peristiwa mengalirnya / berpindahnya suatu zat dalam pelarut dari bagian berkonsentrasi tinggi ke bagian berkonsentrasi rendah. Proses difusi molekul reaktan kepermukaan atau difusi pada produk desorpsi merupakan proses yang paling lambat dan tidak dapat ditentukan kecuali pada penentuan proses teknik yang melibatkan penyerapan katalis.

2. Atom B lewat, kemudian berinteraksi dengan atom A yang ada dipermukaan katalis (k). Katalis menyediakan suatu permukaan dimana pereaksi-pereaksi (atau substrat) untuk sementara terjepit.

3. Atom A dan B saling berinteraksi satu sama lain

4. Sebuah molekul terbentuk dan terjadi desorpsi.

### 2.3 Kalium Hidroksida

Kalium hidroksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus kimia KOH. Lain halnya dengan Sodium Hidroksida, KOH merupakan basa kuat prototipikal dan banyak diaplikasikan didunia industri. KOH biasanya digunakan untuk mengeksploitasi kereaktifan terhadap asam dan sifat-sifat korosif pada bahan kimia. Pada tahun 2005, diperkirakan 700.000 hingga 800.000 ton KOH yang diproduksi. KOH dicatat sebagai prekursor untuk sabun yang paling lembut dan cair serta berbagai kalium yang mengandung bahan kimia. Adapun gambar KOH dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Kalium Hidroksida (KOH)

Kalium hidroksida (KOH) atau yang juga dikenal dengan nama caustic potash merupakan senyawa anorganik basa kuat. Kalium Hidroksida (KOH) merupakan sejenis basa ion yang dapat digunakan sebagai katalis. Penggunaan basa seperti KOH dan NaOH sebagai katalis, dipandang lebih menguntungkan karena reaksi dapat dioperasikan pada tekanan atmosferik dan bertemperatur 60-100 °C.

Pada proses transesterifikasi, katalis yang digunakan dapat berupa katalis homogen maupun katalis heterogen. Penggunaan katalis homogen pada proses produksi biodiesel susah dipisahkan, dapat merusak lingkungan, bersifat korosif, dan menghasilkan limbah beracun. Sedangkan, katalis heterogen memberikan banyak keuntungan antara lain mudah dipisahkan dari produknya melalui filtrasi karena fasanya berbeda dengan produknya, mudah diregenerasi, dapat digunakan kembali, tidak menghasilkan sabun jika bereaksi dengan FFA, lebih ramah lingkungan, lebih murah, dan tidak bersifat korosif (Sisca, 2018).

Penyangga katalis yang memiliki biaya rendah dan *ecofriendly* dapat diperoleh dari biomassa yang dikarbonisasi menjadi karbon aktif. Sebagai penyangga katalis, karbon aktif sangat efektif pada reaksi berfasa cair dan gas. Karbon aktif memiliki mikro pori yang tinggi sehingga basa seperti KOH dapat terserap dengan mudah pada permukaan karbon aktif. Kandungan abu yang cukup rendah pada karbon aktif juga mempercepat laju reaksi.

#### **2.4 Karbon Aktif**

Karbon aktif merupakan suatu padatan berpori yang mengandung 85-95% karbon, dihasilkan dari bahan-bahan yang mengandung karbon dengan pemanasan pada suhu tinggi (Jamilatun, dkk., 2015). Karbon aktif dapat dibuat dari bahan yang mengandung karbon yang tinggi seperti kayu, tempurung kelapa, tulang binatang, batubara dan lain-lain. Salah satu jenis kayu yang dapat digunakan ialah kayu akasia. Aplikasi karbon aktif biasanya digunakan sebagai penghilang bau dan resin, penyulingan bahan mentah, pemurnian air limbah, penjernihan air, dan dapat digunakan sebagai adsorben bahan yang berasal dari cairan maupun fasa gas (Haryati, dkk., 2017). Gambar 4. menunjukkan bentuk karbon aktif yang digunakan pada penelitian ini, ialah berbentuk serbuk.



Gambar 4. Karbon Aktif

Karbon aktif telah sering digunakan sebagai katalis, yaitu katalis heterogen. Karbon aktif dapat digunakan sebagai penyangga katalis bahan aktif (asam atau basa). Karbon aktif dipilih karena memiliki permukaan yang luas, kemampuan adsorpsi yang besar, mudah diaplikasikan dan biaya yang diperlukan relatif murah. Sebagai penyangga katalis, karbon aktif sangat efektif pada reaksi berfasa cair dan gas. Menurut penelitian Kaban, 2017 karbon aktif memiliki mikro pori yang tinggi sehingga basa seperti KOH dapat terserap dengan mudah pada permukaan karbon aktif. Kandungan abu yang cukup rendah pada karbon aktif juga mempercepat laju reaksi (Kaban, 2017). Dengan demikian, karbon aktif dapat dijadikan sebagai katalis berbasis karbon aktif.

Katalis berbasis karbon aktif dalam hal ini adalah katalis heterogen yang ion aktifnya didispersikan ke dalam karbon aktif. Pengembangan ion pada karbon aktif merupakan suatu usaha untuk memperbaiki sifat dan mengatasi kelemahan katalis ion murni. Hal ini karena penggunaan katalis ion murni memiliki beberapa kelemahan, antara lain memiliki stabilitas termal yang rendah, mudah mengalami penurunan luas permukaan akibat pemanasan, mudah mengalami *sintering* (penggumpalan) dan harganya yang tinggi. Pemakaian karbon aktif dapat memberikan dasar yang stabil sehingga dapat memperluas permukaan katalis dan memperpanjang waktu pakai katalis.

Dalam penggunaan katalis berbasis karbon aktif, ion didispersikan pada karbon aktif dalam bentuk yang kecil sehingga kebanyakan atom-atom ion terdapat pada permukaan karbon. Karbon aktif memiliki fungsi utama yaitu memberikan suatu kerangka struktur untuk komponen aktif dan meningkatkan luas permukaan ion per satuan berat ion. Selain itu, karbon aktif juga dapat meningkatkan kestabilan katalis karena keberadaan kristal-kristal kecil dari ion yang terpisah sehingga



mencegah terjadinya *sintering* serta menaikkan ketahanan terhadap peracunan katalis.

Pemilihan karbon aktif tergantung pada maksud penggunaan katalis. Aktivitas ion yang maksimum berhubungan dengan penyerapan kimia (*chemisorption*) dari reaktan-reaktan yang cepat tapi tidak terlalu kuat. Dalam sintesis katalis, langkah pertama yang dilakukan adalah pemilihan bahan pengemban (karbon aktif) untuk mendapatkan katalis yang optimal. pengemban yang tepat akan menjamin:

- a) Penyebaran atau dispersi yang tinggi dari komponen aktif katalis.
- b) Tercapainya distribusi komponen aktif sepanjang permukaan pengemban.
- c) Tidak adanya interaksi dari komponen aktif dengan pengemban yang dapat menurunkan keaktifan katalis.
- d) Adanya kemampuan mekanik yang tinggi dan stabilitas terhadap suhu yang tinggi pula.

Syarat mutu karbon aktif dapat dilihat pada tabel 2. berikut ini:

Tabel 2. Syarat Mutu Karbon Aktif SNI 06-3730-1995

No	Uraian	Satuan	Persyaratan	
			Butiran	Serbuk
1.	Bagian yang hilang pada pemanasan 950°C	%	Maks 15	Maks 25
2.	Kadar air	%	Maks 4,5	Maks 15
3.	Kadar abu	%	Maks 2,5	Maks 10
4.	Daya serap terhadap larutan I <sub>2</sub>	mm/gram	Maks 750	Min 750
5.	Karbon aktif murni	%	Min 80	Min 65

Faktor-faktor yang perlu diperhatikan dalam pemilihan karbon aktif katalis, yaitu bentuk fisik, luas permukaan, porositas, sifat adsorpsi, ketahanan terhadap suhu (Dewi, dkk., 2016). Sifat karbon aktif yang paling penting adalah daya serap. Dalam hal ini, ada beberapa faktor yang mempengaruhi daya serap adsorpsi, yaitu:

a. Sifat Adsorben

Karbon aktif yang merupakan adsorben adalah suatu padatan berpori, yang sebagian besar terdiri dari unsur karbon bebas dan masing-masing berikatan secara kovalen. Dengan demikian, permukaan karbon aktif bersifat non polar. Selain komposisi dan polaritas, struktur pori juga merupakan faktor yang penting

diperhatikan. Struktur pori berhubungan dengan luas permukaan, semakin kecil pori-pori karbon aktif, mengakibatkan luas permukaan semakin besar. Dengan demikian kecepatan adsorpsi bertambah. Untuk meningkatkan kecepatan adsorpsi, dianjurkan agar menggunakan karbon aktif yang telah dihaluskan. Jumlah atau dosis karbon aktif yang digunakan, juga diperhatikan. Untuk itu dapat digunakan persamaan Freundlich, yaitu:  $X/M = kC^n$ .

Persamaan ini menghubungkan kapasitas adsorpsi persatuan berat karbon ( $X/M$ ) dengan konsentrasi Serapan yang tersisa dalam larutan pada keadaan setimbang. Dalam hal ini, dilakukan percobaan terhadap sederetan sampel dengan menggunakan berat karbon aktif yang berbeda, dimana waktu dan temperatur dibuat tetap untuk semua perlakuan.

#### b. Sifat Serapan

Banyak senyawa yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif, tetapi kemampuannya untuk mengadsorpsi berbeda untuk masing-masing senyawa. Adsorpsi akan bertambah besar sesuai dengan bertambahnya ukuran molekul serapan dari struktur yang sama, seperti dalam deret homolog. Adsorpsi juga dipengaruhi oleh gugus fungsi, posisi gugus fungsi, ikatan rangkap, struktur rantai dari senyawa serapan.

#### c. Temperatur

Dalam pemakaian karbon aktif dianjurkan untuk menyelidiki temperatur pada saat berlangsungnya proses. Karena tidak ada peraturan umum yang bisa diberikan mengenai temperatur yang digunakan dalam adsorpsi. Faktor yang mempengaruhi temperatur proses adsorpsi adalah viskositas dan stabilitas thermal senyawa serapan. Jika pemanasan tidak mempengaruhi sifat-sifat senyawa serapan, seperti terjadi perubahan warna atau dekomposisi, maka perlakuan dilakukan pada titik didihnya. Untuk senyawa volatil, adsorpsi dilakukan pada temperatur kamar atau bila memungkinkan pada temperatur yang lebih kecil.

#### d. PH (Derajat Keasaman)

Untuk asam-asam organik adsorpsi akan meningkat bila pH diturunkan, yaitu dengan penambahan asam-asam mineral. Ini disebabkan karena kemampuan asam mineral untuk mengurangi ionisasi asam organik tersebut. Sebaliknya bila pH

asam organik dinaikkan yaitu dengan menambahkan alkali, adsorpsi akan berkurang sebagai akibat terbentuknya garam.

e. Waktu Singgung

Bila karbon aktif ditambahkan dalam suatu cairan, dibutuhkan waktu untuk mencapai kesetimbangan. Waktu yang dibutuhkan berbanding terbalik dengan jumlah karbon yang digunakan. Seisin ditentukan oleh dosis karbon aktif, pengadukan juga mempengaruhi waktu singgung. Pengadukan dimaksudkan untuk memberi kesempatan pada partikel karbon aktif untuk bersinggungan dengan senyawa serapan. Untuk larutan yang mempunyai viskositas tinggi, dibutuhkan waktu singgung yang lebih lama.

Dengan adanya karbon aktif sebagai pengemban maka dapat membantu katalis untuk bekerja secara lebih efektif (Ginting, 2017). Sumber karbon aktif dapat diperoleh dari limbah biomassa misalnya dari limbah serbuk gergaji kayu akasia.

## 2.5 Kayu Akasia

Akasia (*Acacia mangium Willd.*) dapat juga di sebut mangium, merupakan salah satu jenis pohon yang mempunyai pertumbuhan yang cepat. Kayu akasia tumbuh secara alami di hutan tropis lembap di Australia bagian timur laut, Papua Nugini dan Kepulauan Maluku kawasan timur Indonesia (Krisnawati, 2011). Dibawah ini adalah gambar pohon kayu akasia yang tumbuh di Indonesia.



Gambar 5. Pohon Kayu Akasia

Berikut ini adalah tabel 3. yang menunjukkan sebaran kayu akasia di Indonesia.

Tabel 3. Biomassa (t/ha) *Acacia mangium Willd.* pada berbagai umur

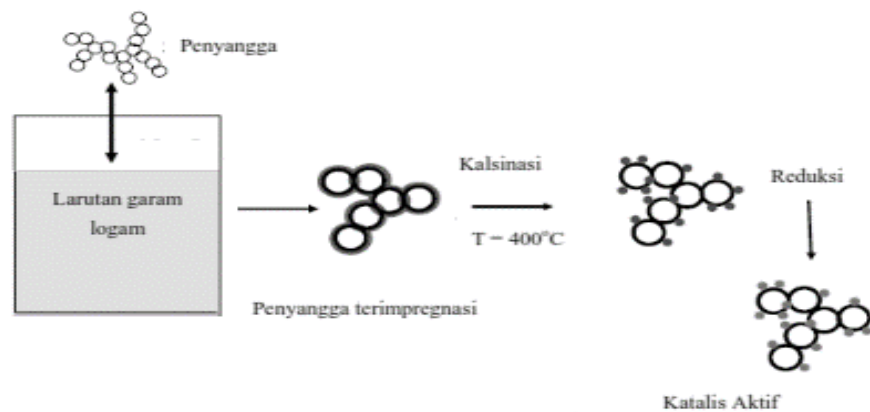
Lokasi	Umur (tahun)	Batang	Cabang + Ranting	Kulit
Toman, Sumsel	2	20,85	14,73	4,02
Subanjeriji, Sumsel	2,5	27,1	10,4	a
Baserah, Riau	3	85,2	22,3	11,9
Maribaya, Jabar	3	13,9	2,4	a
Baserah, Riau	5	123,6	14,0	12,0
Sodong, Sumsel	5,5	82,1	23,8	a
Baserah, Riau	7	106,9	26,3	11,9
Toman, Sumsel	8,5	112,0	17,5	a
Subanjeriji, Sumsel	9	124,7	46,6	14,2
Maribaya, Jabar	10	71,9	10,3	a
Sodong, Sumsel	10	162,2	56,4	17,7

a = batang termasuk dengan kulit

Kayu akasia berpori soliter dan berganda radial 2-3 pori, parenkim tipe selubung, kadang-kadang berbentuk sayap pada pori-pori kecil, jari-jari sempit, pendek dan agak jkarbon. Selain itu, kayu akasia mengandung 51,75% dan oksigen 48,25% dan setelah dikarbonisasi dan diaktivasi menjadi karbon aktif meningkat menjadi 84-37%, kandungan oksigen menurun menjadi 15,63% dan memiliki luas permukaan sebesar 395,9 m<sup>2</sup>/g dengan pengukuran menggunakan BET. Karena memiliki nilai kalori sebesar 4.800–4.900 kkal/kg, kayu potongan dan serbuk kayu akasia dapat digunakan untuk kayu bakar dan karbon aktif (Hadi, 2014).

## 2.2 Impregnasi pada Karbon Aktif

Impregnasi merupakan proses penjenjuran zat tertentu secara total, dengan mengisi pori-pori penyangga dengan larutan ion aktif melalui adsorpsi ion, yaitu dengan merendam support dalam larutan yang mengandung ion aktif. Dalam hal ini, penyangga memiliki fungsi sebagai penyedia permukaan yang luas agar lebih mudah menebarkan situs aktif, sehingga permukaan kontakannya lebih luas dan efisien. Pada gambar 6. dapat dilihat ilustrasi metode impregnasi.



Gambar 6. Ilustrasi Metode Impregnasi

Metode impregnasi memiliki beberapa keuntungan, yaitu peralatan yang digunakan relatif sedikit karena tidak ada langkah pencucian dan penyaringan. Selain itu, metode impregnasi juga sangat cocok untuk katalis dengan persen berat komponen aktif katalis yang kecil, yaitu komponen aktif yang termasuk ion mulia semacam platina namun diinginkan terdistribusi sempurna sehingga diperoleh luas permukaan komponen aktif yang besar (Dewi, 2016).

Secara umum, impregnasi dibagi menjadi dua, yaitu impregnasi langsung (*co-impregnation*) dan impregnasi bertahap (*sequential*). Impregnasi secara langsung memiliki pengertian memasukkan larutan garam ion komponen aktif dan promotor secara bersama-sama dalam pori penyangga. Sedangkan, impregnasi bertahap dilakukan dengan memasukkan larutan garam ion komponen aktif dan promotor secara terpisah. Impregnasi bertahap akan menghasilkan katalis yang memiliki aktivitas lebih tinggi karena tidak dibatasi oleh konsentrasi.

Metode impregnasi ada dua macam, yaitu impregnasi kering (*dry impregnation*) dan impregnasi basah (*wet impregnation*). Pada impregnasi basah, penambahan jumlah larutan prekursor fasa aktif lebih besar dari 1,5 kali volume pori penyangga. Metode ini dapat menghasilkan deposisi prekursor fasa aktif yang sangat banyak pada bagian luar penyangga setelah dilakukan proses pengeringan dan juga menghasilkan distribusi fasa aktif pada bagian luar penyangga. Distribusi ini bermanfaat untuk mengurangi penetrasi reaktan ke dalam katalis, sehingga dapat meningkatkan aktivitas katalis. Sedangkan metode impregnasi kering, penambahan larutan prekursor fasa aktif kurang dari 1,2 kali volume pori panyangga. Metode

yang umum digunakan dalam pembuatan katalis adalah impregnasi basah. Hal ini dilakukan karena proses pengerjaannya lebih mudah (Wendari, 2016).

Impregnasi Penyiapan katalis basa yang disangga dengan karbon dapat dilakukan dengan tiga tahapan, yaitu kalsinasi, *wet impregnation* dan aktivasi. Kalsinasi dipengaruhi oleh suhu sesuai dengan jenis bahan baku yang digunakan. Impregnasi basah adalah sebuah perlakuan kimia dengan berbagai variasi campuran ion aktif dalam larutan. Garam ion basa kuat dan senyawaan oksida yang dapat digunakan dalam impregnasi antara lain KOH, NaOH dan CaO (Kaban, 2017).

Penggunaan basa seperti KOH sebagai katalis, dipandang lebih menguntungkan karena reaksi dapat dioperasikan pada tekanan atmosferik dan bertemperatur 60-100°C, aktivitas katalitik yang tinggi, waktu reaksi yang lebih singkat 1,4 kali lebih cepat dibandingkan dengan penggunaan NaOH, kondisi operasi yang sederhana, bahan baku sangat beragam murah dan banyak tersedia (Abdullah, 2016).

Ketika diimpregnasi, ion  $\text{OH}^-$  akan membuka dimensi karbon aktif yang mulanya memiliki dua dimensi menjadi tiga dimensi. Sehingga pori-pori karbon aktif terbuka. Ion  $\text{K}^+$  (kalium) akan berdifusi kedalam pori-pori katalis penyangga. Akibatnya, bahan yang telah selesai diimpregnasi harus dikalsinasi atau dilakukan aktivasi panas untuk menghilangkan kelembaban dan bahan volatil yang dapat menutup permukaan katalis. Aktivitas katalitik dengan katalis penyangga memiliki kekuatan yang lebih tinggi dibanding dengan katalis yang tidak berpenyangga.

Penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan katalis KOH yang disangga oleh karbon aktif dari cangkang kelapa sawit memiliki kekurangan juga yaitu kemampuan digunakan kembali yang rendah, harus menggunakan jumlah katalis yang besar dan perbandingan molar pada sintesis biodiesel yang besar. Pembuatan katalis karbon aktif yang mengandung kation  $\text{K}^+$  (kalium) dilakukan dengan cara impregnasi (perendaman) karbon aktif dalam larutan KOH dengan variasi konsentrasi. Sebelumnya serbuk gergaji kayu akasia yang telah dibersihkan dijadikan karbon aktif secara fisika, yaitu pemanasan pada suhu 500°C selama 4 jam. Karbon aktif tersebut akan diimpregnasi selama 24 jam dalam suhu kamar dan dengan kecepatan pengadukan yang konstan sebesar 250 rpm (Halimah, 2018).

### 2.2.1 Mekanisme Impregnasi Katalis

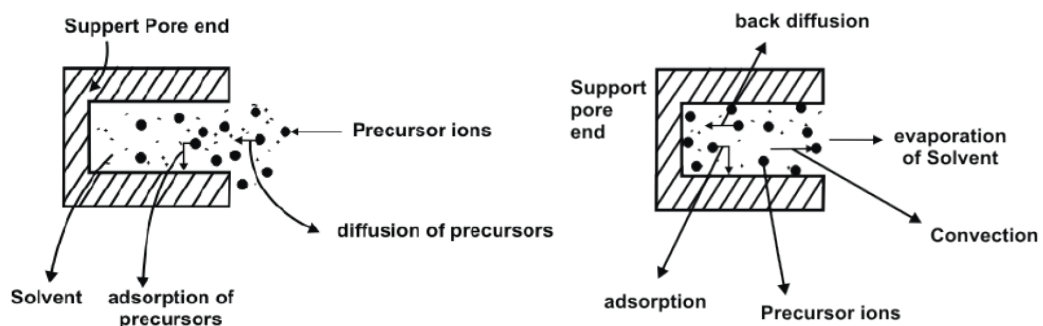
Mekanisme impregnasi diketahui melalui beberapa tahapan penting, antara lain:

1. Kontak support dengan prekursor fasa aktif dalam jangka waktu tertentu.
2. Proses pengeringan support.
3. Aktivasi katalis dengan kalsinasi, reduksi atau perlakuan yang lain yang sesuai.

Suatu katalis disintesis melalui metode impregnasi umumnya menggunakan senyawa yang dapat terlarut didalam air seperti garam-garam ion sulfat, karbonat, klorida, nitrat dan asetat ataupun dapat berupakan ion kompleks seperti ion asetilasetonat. Garam-garam ini umumnya dilarutkan dalam pelarut air, dikarenakan kelarutan yang tinggi untuk banyak prekursor. Dengan pelarutan prekursor ini akan terbentuk larutan yang umumnya berupa ion kompleks ion dengan ligan aquo.

Larutan ion ini harus memiliki syarat tertentu agar dapat terimpregnasi pada support, yaitu ; Stabil untuk waktu yang diperlukan, Mobilitas selama proses difusi, pengeringan, kalsinasi, dan dapat direduksi menjadi ion;

Impregnasi ion kedalam support dilakukan dengan penambahan senyawa support kedalam larutan dan dilakukan pengadukan dengan pemanasan dibawah titik didih pelarut yang digunakan hingga terbentuk bubur (slurry) dengan variasi waktu dimana semakin lama waktu pencampuran diharapkan semakin banyak ion yang mengisi pori-pori support. Berikut ini adalah gambaran fasa aktif pada support.



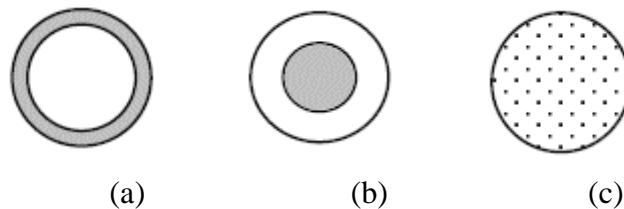
Gambar 7. Ilustrasi Tahapan Impregnasi Fasa Aktif Pada Support

(a) Difusi prekursor pada pori, (b) Setelah proses pengeringan

Campuran selanjutnya dikeringkan untuk menghilangkan molekul pelarut sehingga garam ion dapat mengendap pada permukaan pori penyangga pada gambar b. Produk dipanaskan dalam oven yang dapat dialiri gas berupa udara, oksigen, nitrogen atau gas lain tergantung kebutuhan. Temperatur pada proses pengeringan biasanya lebih tinggi dari titik didih pelarut (air : 100-120°C). Penghilangan air akan menyebabkan kejenuhan prekursor dan kristalisasi yang akan berinteraksi dengan support.

Tahapan selanjutnya yang paling penting adalah proses kalsinasi, proses ini bertujuan mengubah kompleks ion menjadi oksidanya, meningkatkan stabilitas mekanik, serta menghilangkan kadar air yang tersisa (kristal air hidrat). Keseluruhan proses umumnya terjadi dalam membentuk katalis terimpregnasi. Kemudian aktivasi untuk meningkatkan kinerja katalis.

Distribusi prekursor pada pori support tergantung pada beberapa faktor, seperti kondisi pada saat difusi dan pengeringan yang menyebabkan tiga jenis distribusi seperti pada gambar 8.



Gambar 8. Bentuk Distribusi Prekursor Pada Variasi Impregnasi Dan pengeringan

(a) Egg shell, (b) Egg yolk, (c) Uniform

Distribusi “Egg Shell” berupa penumpukan prekursor pada dinding pori, distribusi ini diperoleh jika proses prekursor sangat diserap oleh dinding pori dan viskositas yang tinggi dari prekursor. Pada distribusi “egg yolk” terjadi distribusi prekursor pada inti pori yang dikarenakan adanya interaksi kuat dengan dinding pori dari support. Sedangkan distribusi “Uniform” menunjukkan prekursor tersebar merata diseluruh pori yang disebabkan lemah dan lamanya adsorpsi prekursor, biasanya pengeringan terjadi pada suhu ruang (Wendari, 2016).



### 2.2.2 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Impregnasi pada Karbon Aktif

#### a. Rasio Impregnasi

Perbandingan impregnasi KOH merupakan faktor yang mempengaruhi % kalium pada katalis. Rasio impregnasi KOH yang semakin tinggi, menyebabkan % kalium pada katalis juga semakin tinggi. Kenaikan perbandingan impregnasi dan perlakuan panas dapat menyebabkan destruksi struktur karbon dan meningkatkan massa karbon yang hilang ketika dibakar, kemungkinan terjadinya dekomposisi dari bahan awal, dispersi yang buruk, interaksi katalitik dari bahan aktif dengan penyangga yang lemah. Penelitian yang telah dilaporkan menggunakan rentang konsentrasi dari bahan pengaktivasi dari 10% sampai >100% (pada basis berat bahan penyangga).

#### b. Waktu impregnasi

Waktu impregnasi menandakan waktu kontak antara karbon aktif dengan larutan untuk menyerap suatu ion. Semakin lama waktu kontak maka semakin banyak ion yang teradsorpsi karena semakin banyak kesempatan partikel karbon aktif untuk bersinggungan dengan ion, hal ini menyebabkan semakin banyak ion yang terikat didalam pori-pori karbon aktif. Lamanya waktu kontak atau waktu adsorpsi antara adsorbat dengan adsorben sangat mempengaruhi proses adsorpsi itu sendiri. Sejauh ini, waktu impregnasi dengan larutan KOH yang pernah dilaporkan adalah 24 jam.

#### c. Suhu Karbonisasi

Rentang suhu karbonisasi yang memungkinkan berada antara 400 °C dan 900°C. Suhu yang lebih tinggi meningkatkan massa biomassa yang hilang. Massa terhilang tidak terlalu signifikan pada suhu antara 500 °C dan 800 °C. Karbonisasi dengan menggunakan rentang suhu ini menyebabkan biomassa tidak dapat terkonversi menjadi karbon. Sejauh ini suhu karbonisasi yang telah dilaporkan untuk membuat karbon aktif dari biomassa yang akan diimpregnasi dengan KOH ialah 500°C.

## 2.3 Biodiesel

Pada penelitian ini pengaplikasian katalis dilakukan pada pembuatan biodiesel. Biodiesel berdasarkan pengertian American Society for Testing

Materials (ASTM) merupakan mono alkil ester asam lemak panjang yang diperoleh dari turunan bahan baku lemak seperti minyak nabati ataupun minyak hewani sebagai sumber energi yang dapat diperbaharui. Biodiesel dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi adalah proses mereaksikan minyak nabati maupun hewani dengan alkohol atau metanol dengan katalis berupa hidroksida kuat seperti NaOH/KOH. [1]. Proses ini menghasilkan dua produk yang meliputi metil ester dan gliserol (Ginting, 2017).

Biodiesel adalah bioenergi atau bahan bakar nabati yang dibuat dari minyak nabati. baik minyak yang belum digunakan juga minyak bekas dari penggorengan dan melalui proses transesterifikasi Biodiesel digunakan sebagai bahan bakar alternatif dari Bahan Bakar Minyak (BBM) untuk motor diesel (Fitriani, 2016).

Biodiesel memproduksi emisi yang lebih rendah, titik nyala yang tinggi, pelumasan lebih baik dan karakteristik kimianya mirip dengan bahan bakar minyak konvensional. Kelebihan lain dari biodiesel dibandingkan dengan petrodiesel antara lain: (1) Biodiesel berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui; (2) Biodiesel memiliki kandungan aromatik dan sulfur yang rendah; (3) Biodiesel memiliki *cetane number* yang tinggi (Handayani, 2010). Beberapa sifat fisik dan kimia biodiesel dan petrodiesel disarikan dalam Tabel 4. dibawah ini.

Tabel 4. Syarat Mutu Biodiesel Berdasarkan Analisa SNI 04-7182-2006

No	Parameter	Satuan	Nilai
1	Massa jenis pada 40°C	kg/m <sup>3</sup>	840-890
2	Viskositas kinematik pada 40°C	mm <sup>2</sup> /s	2,3-6,0
3	Angka setana		min. 51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	(cSt)	min. 100
5	Titik kabut	°C	maks. 18
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50°C)	°C	maks. no 3
7	Residu karbon		
	- Dalam contoh asli	%-massa	maks 0,05
	- Dalam 10% ampas distilasi		(maks. 0,3)
8	Air dan sedimen	%-vol	maks. 0,05
9	Temperatur distilasi 90%	°C	maks. 360
10	Abu tersulfatkan	%-massa	maks. 0,02
11	Belerang	Ppm-m (mg/kg)	maks. 100
12	Fosfor	Ppm-m (mg/kg)	maks. 10
13	Angka asam	mg-KOH/g	maks. 0,8

No	Parameter	Satuan	Nilai
14	Gliserol bebas	%-massa	maks. 0,02
15	Gliserol total	%-massa	maks. 0,24
16	Kadar ester alkil	%-massa	min 96,5
17	Angka iodium	%-massa	maks. 115
18	Uji Halphen		Negatif

Sumber : Ridhoillahi, 2016

Berdasarkan kandungan FFA dalam minyak nabati maka proses pembuatan biodiesel secara komersial dibedakan menjadi 2, yaitu:

1. Transesterifikasi dengan katalis basa (sebagian besar menggunakan kalium hidroksida) untuk bahan baku refined oil atau minyak nabati dengan kandungan FFA rendah.
2. Esterifikasi dengan katalis asam (umumnya menggunakan asam sulfat) untuk minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi dilanjutkan dengan transesterifikasi dengan katalis basa.

Proses pembuatan biodiesel dari minyak dengan kandungan FFA rendah keseluruhan terdiri dari reaksi transesterifikasi, pemisahan gliserol dari metil ester, pemurnian metil ester (netralisasi, pemisahan methanol, pencucian dan pengeringan /dehidrasi), pengambilan gliserol sebagai produk samping (asidulasi dan pemisahan metanol) dan pemurnian metanol tak bereaksi secara distilasi. Proses esterifikasi dengan katalis asam diperlukan jika minyak nabati mengandung FFA di atas 5%. Jika minyak berkadar FFA tinggi (>5%) langsung ditransesterifikasi dengan katalis basa maka FFA akan bereaksi dengan katalis membentuk sabun. Terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian. Jadi esterifikasi digunakan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester sehingga mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya ditransesterifikasi dengan katalis basa untuk mengkonversikan trigliserida menjadi metil ester (Ridhoillahi, 2017).

#### 2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) atau Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) merupakan suatu metode analisis untuk menentukan konsentrasi suatu sampel unsur ion yang memiliki ketelitian, ketepatan dan selektivitas tinggi.

Spektrofotometri serapan atom merupakan metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Metode ini prinsipnya pada absorpsi atau penyerapan energi radiasi oleh atom. Setiap unsur atom-atomnya akan menyerap energi pada panjang gelombang tertentu dan pada kondisi analisis yang berbeda-beda untuk masing-masing ion dan masing-masing tipe SSA yang digunakan.

Penyerapan energi dalam SSA akan menyebabkan elektron atom akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (excited state). Untuk merubah seluruh atom ke tingkat energi yang lebih tinggi diperlukan suhu yang makin tinggi Metode analisis ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah beberapa ppm sampai ppb dan tepat untuk menentukan secara kuantitatif hampir semua ion yang terkandung dalam suatu bahan.

Setiap alat AAS terdiri dari tiga komponen berikut :

- a). Unit atomisasi
- b). Sumber radiasi
- c). Sistem pengukur fotometrik

Analisis dalam SSA dibedakan menjadi dua, yaitu:

a. Analisis Kualitatif

Analisis kualitatif dilakukan dengan mengamati ada atau tidaknya serapan (absorbansi) dalam sampel. Jika terdapat serapan maka menunjukkan adanya ion yang dianalisis dalam sampel tersebut.

b. Analisis Kuantitatif

Konsentrasi sampel dapat ditentukan dengan menggunakan kurva larutan standar berdasarkan persamaan Lambert Beer, yakni  $A = \epsilon \cdot b \cdot c$  atau dapat dinyatakan dengan  $Y = aX$  karena  $\epsilon$  dan  $b$  merupakan tetapan dengan  $Y$  adalah absorbansi dan  $X$  adalah konsentrasi, sedangkan  $k = \epsilon \cdot b$  juga merupakan tetapan,  $c$  adalah konsentrasi larutan,  $b$  adalah tebal kuvet dan  $\epsilon$  adalah koefisien absorptivitas molar.

Hukum Lambert-Beer menyatakan hubungan antara intensitas radiasi dengan konsentrasi. Hubungan antara absorbansi  $A$  dengan konsentrasi zat pengabsorpsi adalah linier. Ada beberapa syarat agar hukum Beer dapat dipakai yaitu :

a. Syarat Konsentrasi

Beer baik untuk larutan encer. Pada konsentrasi tinggi (biasanya 0,01 M), jarak rata-rata di antara zat-zat pengabsorpsi menjadi kecil sehingga masing-masing zat mempengaruhi distribusi muatan tetangga.

b. Syarat kimia

Zat pengabsorpsi tidak boleh terdisosiasi, berasosiasi, atau bereaksi dengan pelarut menghasilkan suatu produk pengabsorpsi spektrum yang berbeda dari zat yang dianalisis

c. Syarat cahaya

*Monokromatik* (cahaya yang mempunyai satu macam panjang gelombang).

d. Syarat kejernihan

Kekeruhan larutan yang disebabkan oleh partikel-partikel koloid misalnya menyebabkan penyimpangan hukum Beer.

## **2.5 Scanning Electron Microscope (SEM)**

*Scanning Electron Microscope (SEM)* adalah alat yang dapat membentuk bayangan permukaan spesimen secara mikroskopik. Berkas elektron dengan diameter 5-10 nm diarahkan pada spesimen. Interaksi berkas elektron dengan spesimen menghasilkan beberapa fenomena yaitu hamburan balik berkas elektron, sinar X, elektron sekunder dan absorpsi elektron. Pengujian SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisa morfologi. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari bentuk morfologi atau dari lapisan yang tebalnya sekitar 20  $\mu\text{m}$  dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan morfologi dengan segala tonjolan, lekukan dan lubang pada permukaan (Kardiman, 2018).

*Scanning Electron Microscope (SEM)* adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 – 3.000.000 kali, depth of field 4 – 0.4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, depth of field yang besar, resolusi yang baik, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri. SEM memfokuskan sinar elektron (electron beam) di permukaan obyek

dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang muncul dari permukaan obyek (Farikhin, 2016).

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut :

- Electron gun menghasilkan electron beam dari filamen. Pada umumnya electron gun yang digunakan adalah tungsten hairpin gun dengan filamen berupa lilitan tungsten yang berfungsi sebagai katoda. Tegangan yang diberikan kepada lilitan mengakibatkan terjadinya pemanasan. Anoda kemudian akan membentuk gaya yang dapat menarik elektron melaju menuju ke anoda.
- Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju suatu titik pada permukaan sampel.
- Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
- Ketika elektron mengenai sampel, maka akan terjadi hamburan elektron, baik Secondary Electron (SE) atau Back Scattered Electron (BSE) dari permukaan sampel dan akan dideteksi oleh detektor dan dimunculkan dalam bentuk gambar pada monitor CRT (Farikhin, 2016).

## **2.6 *Fourier Transform Infrared* (Spektroskopi FTIR)**

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan salah satu metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi *Fourier* untuk menganalisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan dalam FTIR adalah metode absorpsi, yaitu metode yang didasarkan pada perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Suatu materi dapat terabsorpsi oleh inframerah apabila telah memenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasi molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Manuhutu, 2009).

Pada data FTIR, ukuran puncak (*peak*) menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat pada sampel. Data hasil FTIR berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa, sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam suatu sampel. Mekanisme yang terjadi pada pengukuran menggunakan FTIR adalah, sinar yang berasal dari sumber sinar akan diteruskan dan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tagak lurus. Selanjutnya sinar

dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju sampel dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan mengakibatkan sinar yang sampai pada detektor akan berfluktuasi. Ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor, maka sinar akan saling menguatkan dan sinar akan melemah jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada detektor akan menghasilkan interferogram. Interferogram akan diubah menjadi spektra IR dengan bantuan komputer berdasarkan operasi matematika.

