

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO_2
DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:10 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

(Skripsi)

**Oleh
RANDI SEPTIANTO**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

ABSTRAK

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO_2 DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:10 SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT

Oleh

RANDI SEPTIANTO

Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis CaO/SiO_2 dari CaCO_3 (batu kapur) dan silika sekam padi dengan komposisi massa 1:10 menggunakan metode sol gel, dan aplikasinya sebagai katalis dalam transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol. CaCO_3 dikalsinasi 600 °C untuk mendapatkan CaO , selanjutnya katalis disintesis dengan penambahan CaO ke dalam larutan silika. Sebelum digunakan, katalis dikalsinasi dengan variasi suhu 500, 600, 700, 800, dan 900 °C selama 6 jam. Analisis XRD menunjukkan katalis yang dikalsinasi pada suhu 500 dan 600 °C masih berada pada fasa amorf sedangkan pada suhu 700-900 °C sudah terdapat fasa kristalin dan persen kristalinitas tertinggi yakni sebesar 41,88% yaitu pada sampel yang dikalsinasi pada suhu 800 °C. Analisis dengan SEM mengidentifikasi morfologi ditandai dengan adanya partikel berbentuk batang pada suhu kalsinasi 800 °C. Uji aktivitas katalitik terbaik pada reaksi transesterifikasi ditunjukkan oleh katalis yang dikalsinasi pada suhu 800 °C. Kondisi percobaan transesterifikasi diperoleh pada penggunaan nisbah metanol terhadap minyak 1:10, jumlah katalis 15%, dan waktu reaksi 6 jam pada suhu 70 °C, dengan tingkat konversi minyak menjadi biodiesel maksimum yang dicapai adalah sebesar 48%. Hasil analisis dengan GC-MS menunjukkan bahwa biodiesel terdiri dari metil oleat dan metil palmitat, sesuai dengan kandungan utama asam lemak dalam minyak kelapa sawit. Karakterisasi fisik biodiesel seperti densitas dan viskositas belum memenuhi standar SNI 7182:2015.

Kata kunci: Katalis CaO/SiO_2 , metode sol gel, minyak kelapa sawit, transesterifikasi, biodiesel

ABSTRACT

THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURES ON THE ACTIVITY OF CaO/SiO₂ WITH MASS COMPOSITION 1:10 AS CATALYST FOR TRANSESTERIFICATION OF CRUDE PALM OIL

By

RANDI SEPTIANTO

In this research, the synthesis of CaO/SiO₂ catalyst from CaCO₃ (limestone) and rice husk silica with a mass composition of 1:10 using the sol gel method has been carried out, and its application as a catalyst in the transesterification of palm oil with methanol. CaCO₃ is calcined at 600 °C to obtain CaO, then the catalyst is synthesized by adding CaO to a silica solution. Prior to use, the catalyst was calcined at various temperatures of 500, 600, 700, 800 and 900 °C for 6 hours. XRD analysis showed that the catalyst calcined at 500 and 600 °C was still in the amorphous phase, while at 700-900 °C there was already a crystalline phase and the highest percentage of crystallinity was 41.88%, namely in the sample calcined at 800 °C. Analysis by SEM identified morphology characterized by the presence of rod-shaped particles at 800 °C calcination temperature. The best catalytic activity test in the transesterification reaction was shown by the catalyst which was calcined at 800 °C. The transesterification experimental conditions were obtained using a methanol to oil ratio of 1:10, the amount of catalyst was 15%, and the reaction time was 6 hours at 70 °C, with the maximum conversion rate of oil to biodiesel achieved being 48%. The results of the GC-MS analysis show that biodiesel consists of methyl oleate and methyl palmitate, according to the main content of fatty acids in palm oil. The physical characteristics of biodiesel such as density and viscosity do not meet SNI 7182:2015 standards.

Keywords: CaO/SiO₂ catalyst, sol gel method, palm oil, transesterification, biodiesel.

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO_2
DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:10 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

Oleh

RANDI SEPTIANTO

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

Judul : **PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP
AKTIVITAS CaO/SiO₂ DENGAN KOMPOSISI MASSA
1:10 SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI
MINYAK KELAPA SAWIT**

Nama : **Randi Septianto**

NPM : **1817011011**

Jurusan : **Kimia**

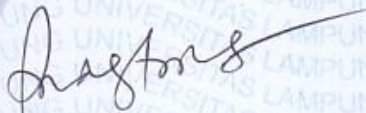
Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



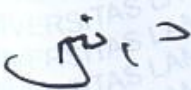
Pembimbing 1

Pembimbing 2


Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si
NIP. 197212051997032001


Prof. Rudy T.M. Situmeang, Ph.D.
NIP. 196006161988111001


2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung


Mulyono, Ph.D.
NIP. 197406112000031002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

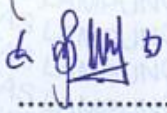
Ketua : Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si.

.....

Sekretaris : Prof. Rudy T.M. Situmeang, Ph.D.

.....

Penguji
Bukan Pembimbing : Dr. Mita Rilyanti, M.Si.

.....

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 197407052000031001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 19 Januari 2023

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini

Nama : Randi Septianto

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011011

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul "**Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO₂ Dengan Komposisi Massa 1:10 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit**" adalah benar karya sendiri, baik gagasan, hasil dan analisisnya. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Bandar Lampung, 19 Januari 2023

Yang Menyatakan,



Randi Septianto
NPM 1817011011

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Randi Septianto, lahir di Sungai Merah, pada 13 Oktober 1999. Penulis merupakan putra dari pasangan Bapak Sumanto dan Ibu Eko Mila Wati, dan merupakan anak pertama dari empat bersaudara. Saat ini penulis bertempat tinggal di Desa Sungai Merah, Singkut VI Blok D RT 011/ RW 004, Kecamatan Pelawan, Kabupaten Sarolangun, Provinsi Jambi.

Penulis memulai pendidikan formal di Taman Kanak-kanak (TK) Sei Merah Singkut IV pada tahun 2005 hingga 2006, kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri 71 Sei Merah Singkut 4 pada tahun 2006 hingga 2012. Pada tahun 2012 penulis melanjutkan pendidikan di SMP Swasta AL-MA'ARIF dan lulus pada tahun 2015, kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Atas Negeri (SMAN) 13 Kab.Tangerang Jurusan IPA dan selesai pada tahun 2018. Pada tahun 2018 penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif berorganisasi dimulai sebagai kader muda Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) FMIPA Unila periode 2018, anggota bidang Sosial Masyarakat Himaki FMIPA Unila periode 2019, anggota bidang kaderisasi dan kepemimpinan Rohani Islam (Rois) FMIPA Unila periode 2019. Penulis diamanahkan sebagai Ketua Bidang Sosial dan Masyarakat (Sosmas) Himaki FMIPA Unila periode 2020. Penulis diamanahkan sebagai Ketua Komisi 1 (Legislasi) Dewan Perwakilan Mahasiswa (DPM) FMIPA Unila periode 2021.

Penulis merupakan mahasiswa penerima beasiswa Bidikmisi tahun 2018. Penulis pernah mengikuti berbagai kegiatan kemahasiswaan, diantaranya seperti Membentuk Karakter (Mekar) Himaki FMIPA Unila 2018, Latihan Kepemimpinan dan Manajemen Islam Tingkat Dasar (LKMI-TD) Rois FMIPA Unila 2019, Latihan Kepemimpinan dan Manajemen Mahasiswa Tingkat Menengah (LKMM-TM) BEM FMIPA Unila 2019, selain itu ada pula kegiatan sosial yang diikuti seperti Chemistry Care Himaki FMIPA Unila 2019 di Desa Mandah, Natar, Lampung Selatan dan 2020 di desa Serdang, Tanjung Bintang, Lampung Selatan. Penulis pernah menjadi peserta Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM FMIPA Unila di Desa Tanjung Tirto, Kecamatan Way Bungur, Lampung Timur. Penulis juga pernah melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Periode I tahun 2021 pada bulan Februari sampai Maret di Desa Sukabakti, Kecamatan Palas, Lampung Selatan. Pada bulan September sampai November 2021, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Anorganik/Fisik Jurusan Kimia Universitas Lampung. Pada bulan Maret sampai September 2022 penulis menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Anorganik/Fisik Jurusan Kimia Universitas Lampung yang diberi Judul “Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO_2 Dengan Komposisi Massa 1:10 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit” di Laboratorium Polimer Universitas Lampung.

MOTTO

*“Penghargaan Paling Tinggi Bagi Seorang Pekerja Keras
Bukanlah Hanya Saja Yang Dia Peroleh Dari Pekerjaan
Itu, Tapi Seberapa Berkembang Ia Dengan Kerja
Kerasnya”*

(John Ruskin)

*“Tetaplah Melangkah Disaat yang Lain Lelah
Melangkah dan Tetaplah Berlari Disaat yang Lain
sedang Berhenti Berlari maka Kau akan Menjadi
Pemenangnya”*(Randi Septianto)

*“Perbaikilah dirimu itu dan belajarlaha, dan
bahagiakan ayah dan ibu yang telah
melahirkanmu, menjagamu dan membesarkanmu
karena kebahagiaan itu pun merupakan
kebahagiaan untuk dirimu.”*

(Sabo)

PERSEMBAHAN



Dengan mengucap *Alhamdulillah* 'aalamiin segenap rasa syukur, kupersembahkan karya ini kepada:

Keluarga Tercinta

Bapak dan Mamahku yang selalu mendoakan, mendukung, dan mempercayai anaknya untuk menggapai cita-cita.

Kakek, Nenek, dan Adik-adik tersayang yang selalu menyayangi dan mendukung pilihan serta impianku.

Dengan segala rasa hormat kepada:

Ibu Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si, Bapak Prof. Rudy T.M. Situmeang, Ph.D., dan Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si., serta seluruh

Dosen Pengajar Jurusan Kimia yang telah membimbing dan mendidiku hingga mencapai gelar Sarjana.

Teman-temanku yang telah kebersamai, mendoakan, mendukung, dan memberikan semangat.

Almamater tercinta
Universitas Lampung.

Kepada diriku sendiri yang telah berjuang

SANWACANA

Alhamdulillah robbil 'alamin segala puji bagi Allah *subhanahu wata'ala* atas segala nikmat dan karunia-Nya sehingga Penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO₂ Dengan Komposisi Massa 1:10 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit”**. Sholawat dan salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad *shallallahu 'alaihi wassalam*, semoga kita diakui sebagai umatnya dan memperoleh syafaatnya, *Aamiin*.

Penulis menyadari bahwa dalam proses pengerjaan dan penulisan skripsi ini tidak terlepas dari kesulitan dan rintangan, namun itu semua bisa terlewati berkat rahmat dan ridho Allah SWT serta bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua dan keluarga penulis, yang telah mendo'akan, mendukung, memberikan semangat, memberikan afirmasi positif kepada penulis untuk dapat menyelesaikan pendidikan S1.
2. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, S.Si, M.T., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
3. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung yang telah memberikan semangat belajar sehingga penulis dapat menyelesaikan pendidikan sarjana kimia.
4. Ibu Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan selaku Dosen Pembimbing I dan Bapak Mulyono, Ph.D selaku Pembimbing Akademik yang telah membimbing, mengarahkan, menasihati, memotivasi penulis, memberikan bantuan moril dan materiil.

5. Bapak Prof. Rudy T.M. Situmeang, Ph.D. selaku Dosen Pembimbing II yang telah membimbing, memberikan semangat, dan memotivasi penulis.
6. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si selaku Dosen Penguji yang telah membimbing, memberikan arahan, nasihat, dan motivasi penulis serta selalu mengingatkan penulis untuk menjadi layaknya seorang sarjana.
7. Ibu Hapin Afriyani S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembina Himaki periode 2020 yang telah membantu, menyemangati, mengarahkan, membuka wawasan penulis untuk senantiasa semangat belajar dan menyelesaikan tanggung jawab.
8. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah mendidik, membimbing, dan memberikan semangat kepada penulis.
9. Seluruh laboran, staff, dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah membantu penulis menyelesaikan studi.
10. Rekan-rekan satu bimbingan, Chori Rafika, Nurkhalisah dan Zulfa Nirmala yang telah memberikan semangat, mendengarkan keluh kesah penulis, memberikan kesan baik, memotivasi, kritik, dan saran hingga saya bisa menyelesaikan studi.
11. Yesi Mira Yeni, terima kasih sudah menjadi partner yang selalu memberikan semangat, support, dan mau mendengarkan keluh kesah dari penulis.
12. Rekan terdekatku, Indra Prasetya, Chori, Sahrul, Lanang, Chasya, Chori, Raifar, Dika, Fauzan, Nia, kak Arya, Bang jere, Ikhsan, Anggun, Noni, Alya, Billa, Nisa, Aryani, Reyzka, dan Nurmay yang telah memberikan bantuan moril dan menyemangati penulis hingga dapat menyelesaikan skripsi.
13. Keluarga besar kimia angkatan 2018 tercinta, terima kasih telah sama-sama berjuang menikmati masa-masa sulit, tertekan, ceria, semangat kuliah, kalian luar biasa, dan terima kasih atas kepercayaannya selama ini.
14. Rekan-rekan pimpinan Himaki FMIPA Unila periode 2020, Nur Mayana, Savira Olga, Fauzan Rafi, Yanesta Oxvyena, Lanang Rachmadi, Khairunisa, Indra Prasetya, Indah Permatasari, Aan Saputra, Rizka Nalia, Armidla Nadya, Farah Danisha, Andira Rahma, dan Annida Rezani, yang telah berjuang dengan penuh semangat, terima kasih atas seluruh kenangan yang tak terlupakan, atas

semangat, doa, motivasi, kritik yang telah diberikan, aku tanpa kalian bukanlah apa-apa, sampai bertemu lagi dan sukses selalu.

15. Keluarga besar Himaki 2020, terima kasih telah bersama-sama melewati satu periode kepengurusan yang luar biasa, satu tahun yang penuh dengan kreativitas melawan kondisi pandemi Covid-19, semangat yang hebat untuk terus belajar, semoga kita semua menjadi orang sukses dimasa depan, *aamiin*.
16. Keluarga besar DPM FMIPA Unila periode 2021, terima kasih atas kesempatannya bertukar pikiran, pengalaman, menjalankan kepengurusan LDR, kalian hebat.
17. Teman-teman Chemboy 2018, Indra, Lanang, Chasya, Chori, Fauzan, Hendriko, Rifki, Widi, Ridho, Raifar, Ikhsan, Sahrul, Andika, Andi, Reyhan, Polado, Nanda, dan Vincent, yang telah berjuang bersama selama kuliah, bertukar cerita, kumpul bareng, canda dan tawa, sukses selalu sahabat.
18. Teman-teman KKN Desa Sukabakti, Kecamatan Palas, Kabupaten Lampung Selatan: Wulan, Jay, Indra, Raifar, dan Aan. Terima kasih untuk kerjasama, motivasi, do'a dan kebersamaan nya.
19. Rekan-rekan "kontrakan", Chori, Chasya, kak Rizky, kak Muhlis, kak Rois, kak Kadek, kak Ocad, kak Arif, kak Arya, kak Alfa, atas aktivitas dan keseruan yang dibangun, semoga dilancarkan rezekinya dan sehat selalu.
20. Semua pihak lainnya yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu. Terima kasih.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, Penulis menyampaikan permohonan maaf atas segala kekurangan tersebut. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Bandar Lampung, Januari 2023

Penulis,

Randi Septianto

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	4
1.3 Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Biodiesel	5
2.2 Bahan Baku Biodiesel.....	6
2.3 Reaksi Transesterifikasi	8
2.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi.....	9
2.5 Sifat-sifat Penting Biodiesel	11
2.5.1 Viskositas	11
2.5.2 Densitas	12
2.6 Katalis Heterogen.....	13
2.6.1 Situs Aktif.....	13
2.6.2 Penyangga.....	14
2.7 Kalsium Karbonat (CaCO ₃)	14
2.8 Silika Sekam Padi	15
2.9 Metode Sol-Gel.....	16
2.10 Karakterisasi Katalis	17
2.10.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	17
2.10.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	18
2.10.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	20
2.10.4 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	21
2.11 Analisis Biodiesel dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	22
III. METODE PENELITIAN	25
3.1 Waktu dan Tempat	25
3.2 Alat dan Bahan.....	25
3.3 Prosedur Penelitian	26
3.3.1 Preparasi Sekam Padi	26

3.3.2 Ekstraksi Silika Sekam Padi	26
3.3.3 Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol-gel	26
3.3.4 Kalsinasi Katalis	27
3.3.5 Karakterisasi Katalis	27
3.3.6 Preparasi Minyak Kelapa Sawit	28
3.3.7 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi	28
3.3.8 Analisis Produk Biodiesel	30
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1 Pengantar	32
4.2 Ekstraksi Silika Sekam Padi	32
4.3 Sintesis Katalis CaO/SiO ₂	34
4.4 Karakterisasi Katalis	36
4.4.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	36
4.4.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	37
4.4.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	40
4.4.4 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	41
4.5 Preparasi Minyak Kelapa Sawit	43
4.6 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi	44
4.6.1 Pengaruh nisbah metanol terhadap minyak kelapa sawit	46
4.6.2 Jumlah Katalis	47
4.6.3 Waktu Reaksi Transesterifikasi	48
4.7 Analisis Biodiesel dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	49
4.8 Uji kualitas Biodiesel	51
V. SIMPULAN DAN SARAN	52
5.1 Simpulan	52
5.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN	62

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persentase asam lemak pada berbagai bahan baku biodiesel.....	7
2. Sifat fisika dari minyak kelapa sawit	8
3. Komposisi sekam padi.	15
4. Konversi dan hasil karakterisasi dengan X-Ray Fluorescence dari tahap penyiapan prekursor katalis pada pembuatan biodiesel dari minyak kemiri sunan.	18
5. Komponen kimia dari produk transesterifikasi minyak kelapa sawit	24
6. Data XRF komposisi katalis CaO/SiO ₂ 1:10	36
7. Pengaruh suhu kalsinasi CaO/SiO ₂ 1:10 terhadap persentase amorf dan kristalinitas	39
8. Pengaruh suhu kalsinasi katalis CaO/SiO ₂ 1:10 pada produk transesterifikasi minyak kelapa sawit.	45
9. Persen konversi nisbah metanol terhadap minyak kelapa sawit	47
10. Persen konversi minyak kelapa sawit terhadap variasi jumlah katalis	48
11. Persen konversi minyak kelapa sawit terhadap variasi waktu reaksi.....	48
12. Komposisi Biodiesel minyak kelapa sawit dengan katalis CaO/SiO ₂ 1:10	50
13. Hasil uji parameter fisik biodiesel	51
14. Syarat baku mutu biodiesel SNI 7182:2015.....	63
15. Nilai Kristalinitas katalis CaO/SiO ₂ 1:10 pada variasi suhu kalsinasi.....	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi transesterifikasi.....	8
2. Skema tahapan proses sol-gel	16
3. Skema kerja alat XRF	18
4. Skema alat XRD.....	19
5. Difraktogram XRD (a) silika sekam padi, (b) CaO dikalsinasi pada suhu berbeda, dan (c) katalis CaO/SiO ₂	19
6. Mikrograf SEM (a) SiO ₂ , (b) CaO, dan (c) katalis CaO/SiO ₂	20
7. Skema proses kerja FTIR	21
8. Skema alat GC-MS	23
9. Contoh khas kromatogram minyak kelapa sawit	23
10. Contoh spektrum massa metil ester waktu retensi (tR) 28,199 menit	24
11. Proses ekstraksi silika sekam padi (a) sekam padi bebas pengotor, (b) proses ekstraksi, (c) sol silika, (d) gel silika warna coklat, (e) gel silika warna putih, (f) silika kering, (g) silika yang dihaluskan, dan (h) bubuk silika	33
12. Pembuatan sol silika.....	35
13. Tahapan sintesis katalis CaO/SiO ₂ (a) larutan dopan CaO, (b) sol SiO ₂ , (c) gel CaO/SiO ₂ disaring, (d) gel CaO/SiO ₂ , dan (e) serbuk CaO/SiO ₂	35
14. Pola difraksi XRD katalis CaO/SiO ₂ pada suhu kalsinasi berbeda:(a) 500 °C, (b) 600 °C, (c) 700 °C, (d) 800 °C, dan (e) 900 °C.	38
15. Mikrograf SEM (a) SiO ₂ , (b) CaO, (c) CaO/SiO ₂ 1:10 suhu kalsinasi 600 °C , dan (d) CaO/SiO ₂ 1:10 suhu kalsinasi 800 °C dengan perbesaran 10.000x. .	40
16. Spektrum FTIR katalis CaO/SiO ₂ suhu kalsinasi 800 °C	42
17. Preparasi minyak kelapa sawit (a) pemanasan minyak, (b) penyaringan minyak, dan (c) minyak kelapa sawit siap digunakan.	43
18. Alat Refluks	44
19. Pemisahan produk transesterifikasi.....	44
20. Produk hasil pemisahan (a) minyak awal, (b) biodiesel, dan (c) minyak sisa	45
21. Kromatogram biodiesel minyak kelapa sawit.....	50

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang kaya keanekaragaman energi dan sumber daya mineral. Lebih dari 100 tahun, minyak bumi menjadi tumpuan ekonomi Indonesia, namun saat ini cadangannya mulai menipis. Sementara itu, masih ada potensi energi lainnya yang pemanfaatannya belum optimal seperti batubara, *Coal Bed Methane* (CBM), *shale gas*, dan Energi Baru Terbarukan (EBT) (Kementerian Energi Sumber Daya Mineral, 2020). Pengembangan potensi energi lain telah menjadi perhatian peneliti khususnya untuk mencari bahan bakar alternatif yang dapat diperbaharui, salah satunya adalah biodiesel.

Penggunaan biodiesel seiring dengan kebijakan pemerintah berdasarkan Instruksi Presiden Nomor 1 Tahun 2006 tentang penyediaan dan pemanfaatan bahan bakar nabati sebagai bahan bakar alternatif. Pemanfaatan bahan bakar nabati domestik mengalami peningkatan dari tahun ke tahun. Menurut Kementerian Energi Sumber Daya Mineral. (2020) pada tahun 2019, produksi Bahan Bakar Nabati (BBN) mencapai 8,39 juta kL, atau meningkat 418% dibandingkan dengan tahun 2015 yang mencapai 1,62 juta kL. Konsumsi biodiesel untuk kebutuhan terus meningkat dengan laju pertumbuhan rata-rata 4,9% per tahun mengikuti pertumbuhan kebutuhan minyak solar dan mandatori biodiesel (Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi., 2021).

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang diformulasikan khusus untuk mesin diesel dan dapat diproduksi dari minyak nabati atau lemak hewani. Secara kimia biodiesel merupakan campuran *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) yang berasal dari reaksi trigliserida dan metanol dengan adanya katalis. Secara umum minyak nabati yang sering digunakan untuk pembuatan biodiesel antara lain minyak kelapa sawit (Efri Mardawati *et al.*, 2019), minyak biji karet (Pandiangan *et al.*,

2016), minyak jarak pagar (Kumar Tiwari *et al.*, 2007), dan minyak kelapa (Pandiangan and Simanjuntak, 2013). Pada penelitian ini digunakan minyak kelapa sawit sebagai bahan baku biodiesel. Bagian penghasil minyak dari kelapa sawit adalah kernel di dalam kacang dan mesokarp luar. Kandungan asam lemak adalah perbedaan utama di antara keduanya. Minyak dari mesokarp luar kaya akan asam palmitat dan oleat (sekitar 50% lemak jenuh) yang sangat bermanfaat untuk produksi biodiesel, sedangkan minyak inti sawit kaya akan asam laurat (lebih dari 89% lemak jenuh) (Demirbaş., 2003). Biodiesel dapat dibuat melalui transesterifikasi, esterifikasi, dan konversi enzimatis. Pada penelitian ini biodiesel diproduksi melalui reaksi transesterifikasi.

Transesterifikasi merupakan salah satu metode yang sering digunakan secara komersial untuk menghasilkan biodiesel dimana pada prosesnya melibatkan reaksi antara ester (trigliserida) dan alkohol untuk membentuk ester dan alkohol baru. Jenis alkohol yang digunakan pada penelitian ini adalah metanol, karena harga dan ketersediaannya yang mudah didapat (Xie and Yang, 2007). Reaksi transesterifikasi diketahui sangat lambat sehingga membutuhkan waktu reaksi yang cukup lama. Oleh karena itu, dalam reaksi ini diperlukan adanya katalis.

Katalis merupakan suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu. Katalis yang umum digunakan dalam proses transesterifikasi untuk menghasilkan biodiesel adalah katalis homogen, baik asam kuat maupun basa kuat. Katalis homogen memiliki unjuk kerja yang baik, tetapi jenis katalis ini memiliki kelemahan seperti bersifat satu fasa dengan produk yang dihasilkan sehingga sulit untuk dipisahkan dari produk (Zabeti *et al.*, 2009). Untuk mengatasi kelemahan katalis homogen, dewasa ini telah dikembangkan katalis heterogen atau katalis padatan (*solid catalyst*). Jenis katalis ini lebih mudah dipisahkan dari produknya, tidak bersifat korosif, dan dapat didaur ulang, sehingga penggunaannya lebih hemat dan lebih ramah lingkungan (Thitsartarn and Kawi., 2011). Katalis heterogen yang telah dilaporkan untuk produksi biodiesel dapat berupa oksida campuran basa, oksida logam yang didoping alkali, dan oksida logam tanah (Wu *et al.*, 2013).

Berbagai zat padat telah dimanfaatkan sebagai penyangga katalis heterogen, yakni alumina (Evangelista *et al.*, 2012), zeolit (Wu *et al.*, 2013) dan silika (Pandiangan and Simanjuntak., 2013). Katalis heterogen terdiri dari dua komponen dasar, yakni penyangga dan situs aktif. Penyangga adalah zat padat berpori dimana situs aktif ditempatkan. Situs aktif yang digunakan pada umumnya adalah oksida logam, dan salah satu diantaranya adalah oksida logam alkali tanah yakni CaO (Choudhury *et al.*, 2014), MgO (Mohadesi *et al.*, 2014), dan SrO (Tariq *et al.*, 2012). Dari tiga oksida tersebut, CaO merupakan situs aktif yang paling umum digunakan karena memiliki aktivitas katalitik dan kebasaaan yang tinggi, kelarutan yang rendah dalam metanol, serta penggunaannya yang mudah karena tidak membutuhkan air yang berlebih untuk pencucian. Selain memiliki keutamaan, CaO mempunyai kelemahan yakni mudah mengalami *leaching* yang dapat menyebabkan reaksi penyabunan (Pandiangan *et al.*, 2016). Untuk mencegah terjadinya proses *leaching* maka digunakan suatu penyangga katalis berupa SiO₂, karena dengan adanya penyangga akan memperbaiki kekuatan mekanik, meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalik (Meliyani., 2015).

Pada penelitian ini disintesis katalis berpenyangga yakni CaO/SiO₂. Penggunaan CaO/SiO₂ sebagai katalis untuk produksi biodiesel telah dilaporkan oleh Moradi *et al.*, (2014) dengan bahan baku minyak jagung dihasilkan konversi sebesar 98.5%, Said *et al.*, (2011) dengan bahan baku minyak kelapa sawit memperoleh konversi 93,21%, Pandiangan *et al.*, (2016) dengan bahan baku minyak biji karet memperoleh konversi 92%, dan Supriyadi *et al.*, (2018) dengan bahan baku minyak kemiri sunan memperoleh konversi 98,5%.

Pada penelitian ini sintesis katalis CaO/SiO₂ dilakukan dengan komposisi massa tetap, yakni 1:10. SiO₂ yang digunakan pada penelitian ini bersumber dari sekam padi dan CaO bersumber dari batu kapur yang berasal dari Halaban, Sumatera Barat yang memiliki kandungan Ca sebesar 98% (Pandiangan *et al.*, 2019). Proses pembentukan CaO dilakukan dengan cara kalsinasi pada kisaran suhu 500 - 1000 °C (Nunes and Castilhos, 2020). Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh suhu kalsinasi pada variasi suhu kalsinasi 500, 600, 700, 800, dan 900 °C terhadap aktivitas CaO/SiO₂ sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa

sawit. Karakterisasi material dilakukan dengan teknik *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Pada proses transesterifikasi dipelajari variabel kinetis yang dapat mempengaruhi persen konversi yang meliputi rasio metanol terhadap minyak sawit, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi. Produk transesterifikasi dianalisis dengan metode *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) dan parameter fisik.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mensintesis katalis CaO/SiO_2 menggunakan batu kapur sebagai sumber CaO dan sekam padi sebagai sumber SiO_2 dengan metode sol gel.
2. Mengkarakterisasi katalis dengan XRF, XRD, SEM, dan FTIR.
3. Mempelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap aktivitas katalitik CaO/SiO_2 dengan komposisi massa 1:10 pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol.
4. Mengkaji pengaruh variabel kinetis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit meliputi nisbah metanol terhadap minyak, jumlah katalis dan waktu reaksi.
5. Mengkarakterisasi produk biodiesel hasil transesterifikasi dengan metode GC-MS, densitas, dan viskositas.

1.3 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai dasar untuk pengembangan lebih lanjut katalis heterogen dari bahan baku yang lebih murah serta meningkatkan pemanfaatan silika sekam padi dan batu kapur menjadi produk yang bernilai ekonomis.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dan terbarukan yang saat ini sedang dikembangkan sebagai pengganti bahan bakar fosil. Biodiesel dapat diproduksi dari bahan baku minyak nabati atau lemak hewani yang mengandung mono alkil ester dari rantai panjang asam-asam lemak jenuh maupun tidak jenuh. Produksi biodiesel bermula pada tahun 1900an ketika Sir Rudolph Diesel berhasil menjalankan mesin diesel konvensional dengan menggunakan minyak nabati tanpa modifikasi apapun. Akan tetapi, penelitian lebih lanjut membuktikan bahwa penggunaan minyak nabati dan lemak hewan secara langsung sebagai bahan bakar diesel kurang tepat dikarenakan memiliki massa molekul yang besar, volatilitas yang rendah, dan viskositas kinematik yang tinggi yang berakibat pada penurunan kerja mesin dan munculnya masalah pada mesin. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, beberapa metode telah diujicobakan seperti pencampuran biodiesel dengan petrodiesel, mikroemulsifikasi, pirolisis, dan transesterifikasi (Zahan and Kano, 2018).

Biodiesel memiliki banyak kelebihan yakni tidak beracun, mengemisikan karbon dioksida dalam jumlah sedikit, serta bebas sulfur sehingga bersifat lebih ramah lingkungan dibandingkan bahan bakar diesel berbasis fosil (Martínez *et al.*, 2019). Biodiesel dapat dibuat dengan bahan baku seperti minyak nabati atau lemak hewani, dimana pada bahan baku tersebut terdapat komponen penyusunnya yakni monoalkil ester asam lemak, umumnya merupakan metil ester. Metil ester atau etil ester adalah senyawa yang relatif stabil, cair pada suhu ruang (titik leleh antara 4-18 °C), non korosif, dan titik didihnya rendah (Allen *et al.*, 1999). Secara kimiawi, biodiesel merupakan turunan lipid dari golongan monoalkil ester dengan panjang rantai karbon 12-20 (Darnoko and Cheryan, 2000). Sebagai bahan bakar alternatif, biodiesel memiliki titik nyala dan angka setana yang lebih

tinggi, residu karbon yang sedikit, kandungan abu rendah sehingga baik untuk kerja mesin.

2.2 Bahan Baku Biodiesel

Bahan baku untuk produksi biodiesel meliputi sumber biologis seperti minyak nabati, minyak kedelai dan beberapa lemak hewan. Biodiesel adalah bahan bakar terbarukan yang dapat terurai secara hayati, tidak beracun, dan bersih dengan sifat yang mirip diesel konvensional. Biodiesel dihasilkan dari sumber daya terbarukan, dan memiliki profil emisi rendah serta bermanfaat bagi lingkungan. Produksi biodiesel menghabiskan biaya yang cukup besar disebabkan tingginya biaya bahan baku (sekitar 70-75% dari total biaya), sehingga biodiesel masih belum umum digunakan dalam kehidupan sehari-hari meskipun bahan bakar ini telah dikembangkan selama sekitar tiga dekade, oleh karena itu pemilihan bahan baku biodiesel yang lebih murah dapat menjadi solusi. Salah satu bahan baku yang dapat digunakan adalah minyak nabati karena dapat diperbaharui, memiliki kandungan energi yang tinggi, dan memiliki keamanan energi yang hampir sama dengan petroleum diesel.

Biodiesel yang dihasilkan dari minyak nabati juga memiliki karakteristik yang serupa dengan bahan bakar diesel biasa, sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar campuran ataupun pengganti. Beberapa penelitian juga telah dilakukan guna mempelajari bahan baku alternatif yang mengandung asam lemak dan berpotensi namun relatif murah dengan tujuan mengurangi biaya produksi, seperti minyak nabati pangan, minyak nabati non-pangan, dan lemak hewan. Komposisi asam lemak yang terkandung pada beberapa bahan baku alternatif untuk produksi biodiesel menurut Zahan and Kano. (2018) dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Persentase asam lemak pada berbagai bahan baku biodiesel

Sumber	% (wt) Palmitat (C_{16:0})	%(wt) Stearat (C_{18:0})	%(wt) Oleat (C_{18:1})	%(wt) Linoleat (C_{18:2})	%(wt) Linolenat (C_{18:3})
Minyak Nabati					
Pangan					
Kelapa Sawit	45	4	39	11	-*
Kedelai	7-14	1,4-5,5	19-30	44-62	4-11
Biji Bunga Matahari	3-10	1-10	14-35	55-75	<0,3
Rapa	2,5-6,5	0,8-3,0	53-70	15-30	5-13
Jagung	8-10	1-4	30-50	34-56	0,5-1,5
Kelapa	7-10	1-4	5-8	1-3	-*
Minyak Nabati Non-Pangan					
Biji Karet	6,47-9,9	6,6-9,9	12,8-24,95	18,87-24,95	7,97-18,23
Biji Kapuk	19,2	2,6	17,4	39,7	1,5
Jarak Kaliki	1,1	1,0	3,3	3,6	0,32
Biji Sitrus	26,9	4,62	25,55	37,65	3,80
Nimba	18,1	18,1	44,5	18,45	0,2
Jarak Pagar	10-17	5-10	36-64	18-45	2,4-3,4
Biji Kapas	21,4-26,4	2,1-5,0	14,7-21,7	46,7-58,2	0,0
Lemak Hewan					
Lemak Ayam	19,8	6,1	34,6	30,9	2,9
Lemak Sapi	24,8	20,6	46,4	2,7	0,0
Lemak Minyak Ikan	21,6	4,1	17,3	1,7	2,9
Lemak Daging Sapi	10,1	6,0	35,0	36,0	-*

*tidak spesifik
(Zahan and Kano, 2018)

Minyak nabati dapat dimanfaatkan untuk bahan baku transesterifikasi karena memiliki kandungan asam lemak yang tinggi sehingga dapat diubah menjadi biodiesel. Untuk pemanfaatan biodiesel secara komersial, pemerintah Indonesia telah menetapkan persyaratan mutu dalam SNI 7182:2015. Minyak kelapa sawit mengandung asam palmitat (C₁₆) dan asam oleat (C₁₈) yang diketahui dapat digunakan sebagai bahan baku produksi biodiesel.

Minyak kelapa sawit atau *crude palm oil* (CPO) merupakan trigliserida yang terdiri dari berbagai asam lemak metil ester, diketahui asam lemak tertinggi yang ada dalam minyak kelapa sawit adalah metil palmitat dan metil oleat (Zahan and

Kano., 2018). Kualitas minyak kelapa sawit yang digunakan untuk produksi biodiesel harus diuji agar mengetahui kualitas dari minyak sebelum digunakan untuk transesterifikasi. Sifat fisika minyak kelapa sawit menurut Likoazar and Levec. (2014) dapat dilihat pada Tabel 2.

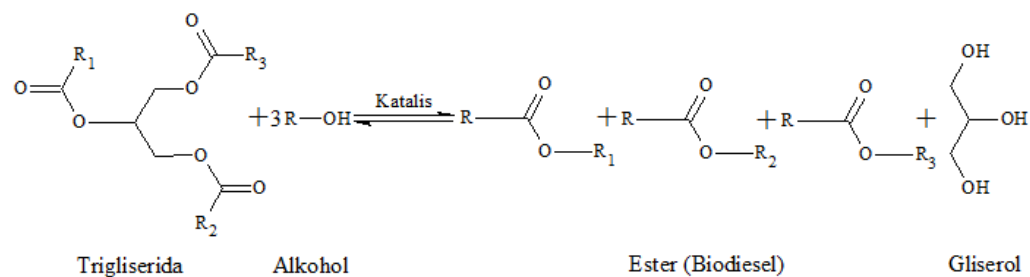
Tabel 2. Sifat fisika dari minyak kelapa sawit.

Sifat	Minyak Kelapa Sawit (CPO)
Bobot jenis pada suhu kamar	0,9
Indeks bias 40°C	1,4565 – 1,4585
Bilangan iod	48 – 56
Bilangan penyabunan	196 – 205
Titik leleh	25°C – 50°C
Warna	Kuning, kuning kecoklatan
Bau	Khas minyak sawit
Tingkat kejernihan	Jernih

(Likoazar and Levec, 2014)

2.3 Reaksi Transesterifikasi

Di antara bermacam metode yang ada, proses yang paling umum digunakan untuk memproduksi biodiesel adalah proses transesterifikasi. Secara umum, proses ini melibatkan reaksi antara trigliserida dengan alkohol, dengan bantuan katalis sehingga produk yang dihasilkan metil ester serta gliserol sebagai produk samping. Satu mol trigliserida bereaksi dengan tiga mol alkohol untuk memproduksi tiga mol senyawa metil ester dan satu mol gliserol. Reaksi transesterifikasi secara umum digambarkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi transesterifikasi (Mohadesi *et al.*, 2014)

Untuk meningkatkan laju reaksi transesterifikasi dan konversi biodiesel maka digunakan katalis dan alkohol berlebih dengan tujuan menggeser kesetimbangan

reaksi ke arah sisi produk karena reaksi ini bersifat *reversible* (Mohadesi *et al.*, 2014). Secara sederhana, proses transesterifikasi melibatkan alkohol, termasuk metanol dan etanol, dan katalis. Untuk mendapatkan katalis yang baik maka perlunya diketahui faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi.

2.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya adalah waktu, pengadukan, katalis dan suhu. Secara umum, pada proses reaksi kimia, semakin lama waktu reaksi maka interaksi antar molekul semakin intensif dan menghasilkan produk yang lebih banyak. Prinsip ini juga berlaku pada reaksi transesterifikasi.

Dalam penelitian yang dilakukan oleh Sun *et al.* (2014), mempelajari pengaruh waktu transesterifikasi dari minyak kacang kedelai, dengan variasi waktu reaksi yang berbeda antara 0,5 sampai 4 jam, dan waktu optimum yang didapatkan adalah 4 jam dengan persen konversi sebesar 94,3%. Bahan baku yang sama juga telah dilaporkan oleh Samart *et al.* (2010) pada waktu yang berbeda, yakni 6, 8, dan 10 jam, dan didapatkan bahwa waktu optimum adalah 8 jam dengan persen konversi sebesar 95,2%. Beberapa penelitian juga telah dilakukan dengan minyak nabati yang berbeda, dan melaporkan waktu bervariasi, antara lain minyak biji kapas dengan waktu optimum 8 jam (Chen *et al.*, 2007), minyak jarak pagar dengan waktu optimum 2,5 jam (Zhu *et al.*, 2006), minyak kelapa sawit waktu optimum 1 jam (Jitputti *et al.*, 2006) dan minyak kelapa waktu optimum 1,5 jam (Padil *et al.*, 2012).

Selain waktu, pengadukan juga berperan penting dalam pembentukan produk akhir (monoalkil ester atau biodiesel), karena perlakuan ini menambah frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga mempercepat reaksi dan reaksi terjadi sempurna. Pengadukan sangat penting karena larutan minyak, katalis, dan metanol merupakan larutan yang *immiscible*. Hayyan *et al.* (2011) mempelajari pengaruh pengadukan yakni 200 rpm, 400 rpm, 600 rpm dan 800 rpm selama 60 menit sementara parameter lainnya konstan. Pada

400 rpm dihasilkan persen konversi 94,78% dari produk akhir diperoleh. Jika kecepatan pengadukan rendah, maka produk yang diperoleh juga lebih rendah. Di sisi lain jika pengadukan lebih tinggi, maka dapat menyebabkan pembentukan sabun (Eevera *et al.*, 2009).

Faktor berikutnya yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi adalah katalis. Secara umum katalis berfungsi untuk mempercepat reaksi. Katalis juga berfungsi untuk mengurangi energi aktivasi pada suatu reaksi sehingga pada suhu tertentu kecepatan reaksi menjadi semakin meningkat. Pada reaksi transesterifikasi terdapat dua jenis katalis yang umum digunakan yakni katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan dan produk sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang mempunyai fasa yang tidak sama dengan reaktan dan produk. Beberapa katalis homogen yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah katalis asam kuat seperti H_2SO_4 (Al-Widyan & Al-Shyoukh., 2002; Ong *et al.*, 2013), HCl (Boucher *et al.*, 2008), maupun basa kuat seperti KOH (Agarwal *et al.*, 2012) dan NaOH (Reyero *et al.*, 2015). Penggunaan katalis homogen memiliki beberapa kelemahan seperti bersifat korosif, sulit dipisahkan dari produk, mencemari lingkungan, dan tidak dapat digunakan kembali (Zabeti *et al.*, 2009). Beberapa katalis heterogen yang sering digunakan adalah oksida logam seperti CaO (Choudhury *et al.*, 2014), MgO (Mohadesi *et al.*, 2014), dan SrO (Tariq *et al.*, 2012) dan lain-lain. Keuntungan menggunakan katalis ini adalah mempunyai aktivitas yang tinggi, kondisi reaksi yang ringan, masa hidup katalis yang panjang, biaya katalis yang rendah, tidak korosif, dan dapat dengan mudah dipisahkan dari produk.

Selanjutnya, faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi adalah suhu. Semakin tinggi suhu reaksi yang digunakan maka semakin cepat reaksi berlangsung maka semakin banyak produk yang dihasilkan (Marchetti *et al.*, 2007). Suhu reaksi adalah faktor penting lainnya yang mempengaruhi konversi biodiesel. Misalnya suhu reaksi yang lebih tinggi meningkatkan laju reaksi dan memperpendek waktu reaksi karena pengurangan viskositas minyak.

2.5 Sifat-sifat Penting Biodiesel

Di samping analisis komponen penyusun biodiesel, uji kelayakan biodiesel juga ditentukan dari beberapa parameter fisik. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015, beberapa sifat-sifat penting yang digunakan sebagai standar kelayakan biodiesel pada penelitian ini adalah viskositas dan densitas.

2.5.1 Viskositas

Viskositas adalah resistensi yang dihasilkan dalam cairan untuk mengalir. Cairan yang bergerak cepat seperti air memiliki viskositas yang rendah dan cairan yang bergerak lambat seperti madu memiliki viskositas yang tinggi. Pada umumnya viskositas minyak nabati lebih tinggi dibandingkan dengan viskositas solar, maka dengan dilakukannya proses transesterifikasi dapat menurunkan nilai viskositas biodiesel yang sesuai dengan SNI 7182:2015. Viskositas kinematik dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 2. Viskositas dapat dibedakan atas viskositas dinamik (μ) dan viskositas kinematik (ν).

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (1)$$

Keterangan:

ν = viskositas kinematik (cSt)

μ = viskositas dinamik (poise)

ρ = rapat massa (g/cm^3)

Nilai viskositas dapat diukur dengan alat viskometer Ostwald. Persamaan 2 untuk menghitung nilai viskositas dengan menggunakan viskometer Ostwald:

$$\eta = \eta_0 \frac{t \cdot \rho}{t_0 \cdot \rho_0} \quad (2)$$

Keterangan:

η = viskositas cairan pembanding

t = waktu aliran cairan sampel

t_0 = waktu aliran pembanding

ρ = massa jenis cairan sampel

ρ_0 = massa jenis cairan pembanding

Menurut SNI 7182:2015 biodiesel yang baik harus memiliki viskositas kisaran 2,3-6,0 mm²/s. Pada penelitian sebelumnya, Santoso *et al.*, (2019) melaporkan viskositas biodiesel dari minyak kelapa sawit menggunakan katalis K₂O/Al₂O₃ dihasilkan viskositas sebesar 4,33 mm²/s, Hasil ini menunjukkan bahwa biodiesel dari minyak kelapa memenuhi standar viskositas dari SNI. Selain itu, beberapa peneliti juga menguji viskositas biodiesel dari berbagai jenis minyak nabati, (Haryono *et al.*, 2020) mendapatkan hasil viskositas biodiesel dari minyak kemiri sunan dengan katalis CaO/SiO₂ sebesar 2,49 cSt, dan (Padil *et al.*, 2010) mendapatkan hasil biodiesel dari minyak kelapa menggunakan katalis CaCO₃, dihasilkan viskositas sebesar 2,441 mm²/s. hasil tersebut memenuhi standar SNI 7182:2015 dengan kisaran 2,3-6,0 mm²/s (cSt).

2.5.2 Densitas

Densitas adalah pengukuran massa setiap satuan volume benda pada suhu tertentu. Sebuah benda yang memiliki massa jenis lebih tinggi (contohnya besi) akan memiliki volume yang lebih rendah daripada benda bermassa sama yang memiliki massa jenis lebih rendah (contohnya air). Semakin tinggi massa jenis benda, maka semakin besar massa setiap volumenya (Warren *et al.*, 2006). Kerapatan suatu fluida (ρ) dapat didefinisikan sebagai massa per satuan volume, dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.

$$\rho_{sampel} = \frac{m_{sampel}}{m_{air}} \times \rho_{air} \quad (3)$$

Keterangan:

ρ = rapat massa (kg/m³)

m = massa (kg)

Berdasarkan SNI 7182:2015, massa jenis standar biodiesel sebesar 0,850-0,890 g/mL. Padil *et al.*, (2010) melaporkan biodiesel minyak kelapa memiliki massa jenis sebesar 0,86 g/mL dengan menggunakan katalis CaCO₃, Haryono *et al.*, (2020) melaporkan biodiesel dari minyak kemiri sunan menggunakan katalis CaO/SiO₂ memiliki densitas sebesar 880 kg/m³, dan Santoso *et al.*, (2019) mendapatkan densitas biodiesel dari minyak kelapa sawit (CPO) sebesar 0,89

g/mL. Hal ini menunjukkan bahwa biodiesel yang dihasilkan pada penelitian tersebut sudah memenuhi standar SNI 7182:2015.

2.6 Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang berupa padatan/fasa padat yang memiliki fasa yang berbeda antara reaktan dengan produk yang dihasilkan. Oleh karena itu, katalis ini mudah untuk dipisahkan dari produk yang dihasilkan dan memungkinkan untuk didaur ulang sehingga lebih bersifat ramah lingkungan. Katalis heterogen memiliki beberapa kelebihan yakni lebih efektif dan efisien, mudah digunakan dalam beragam media, tidak korosif, relatif murah, dan dapat dengan mudah diaktifkan untuk mendapatkan katalis yang diinginkan (Efri Mardawati *et al.*, 2019; Padil *et al.*, 2010; Zanuttini *et al.*, 2014). Pada prinsipnya terdapat dua komponen dasar penyusun katalis heterogen yakni situs aktif dan penyangga.

2.6.1 Situs Aktif

Situs aktif merupakan komponen utama pada katalis heterogen yang berupa logam-logam transisi yang memiliki orbital d kosong atau memiliki elektron tunggal yang disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu. Beberapa logam yang telah diaplikasikan sebagai situs aktif diantaranya Fe, Ca (Nunes and Castilhos, 2020), dan Ni (Tadeus *et al.*, 2013). Tetapi, situs aktif yang sering digunakan pada proses reaksi transesterifikasi adalah logam atau oksida logam berpenyangga seperti Fe/SiO₂ (Lu *et al.*, 2020), MgO/SiO₂ (Mohadesi *et al.*, 2014), TiO/SiO₂ (Pandiangan dan Simanjuntak, 2013) dan CaO/SiO₂ (Chen *et al.*, 2015; Haryono *et al.*, 2020; Pandiangan *et al.*, 2016; Putra *et al.*, 2017). Situs aktif dapat menjadi tidak aktif karena beberapa sebab seperti kehadiran CO₂, CO dan senyawa-senyawa sulfur, serta suhu reaksi yang terlalu tinggi. Semakin banyak situs aktif yang terdapat pada katalis maka reaksi semakin berjalan semakin baik (Zhang *et al.*, 2020).

2.6.2 Penyangga

Penyangga adalah komponen utama yang cukup penting pada katalis selain situs aktif. Penyangga berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi fasa aktif, meningkatkan stabilitas termal serta efektivitas katalis dan memperbaiki kekuatan mekanik. Material yang digunakan sebagai penyangga biasanya material yang mempunyai ketahanan mekanis, memiliki luas permukaan yang besar dan termal yang baik (Zdarta *et al.*, 2018). Beberapa contoh penyangga yang sering digunakan adalah alumina (Pandiangan *et al.*, 2019), zeolit (Wu *et al.*, 2013) dan silika (Pandiangan and Simanjuntak., 2013).

2.7 Kalsium Karbonat (CaCO_3)

Kalsium karbonat (CaCO_3) merupakan zat yang umum ditemukan di batuan dan merupakan komponen utama yang terdapat dalam batu kapur, mutiara, cangkang organisme laut, kulit telur dan siput. Kalsium karbonat merupakan mineral inorganik yang tersedia dengan harga terjangkau secara komersial. Pada penelitian ini jenis batuan yang digunakan adalah batu kapur sebagai sumber CaCO_3 . Sifat fisis kalsium karbonat seperti, fase, morfologi, ukuran dan distribusi ukuran harus dimodifikasi menurut bidang aplikasinya. Bentuk morfologi dan fase kalsium karbonat (CaCO_3) dapat dipengaruhi dengan kondisi sintesis seperti, suhu, konsentrasi reaktan, zat adiktif alam dan waktu aging (Kirboga and Oner., 2013). Batu kapur dibagi menjadi dua yakni batu kapur kalsium ultratinggi (>97,5% CaCO_3) dan batu kapur tinggi kalsium (95%–97,5% CaCO_3) (Caserini *et al.*, 2022).

Kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) dapat diubah menjadi kalsium oksida (CaO) dengan cara kalsinasi pada suhu tinggi (Mahreni dan Sulistyawati., 2011) ataupun dapat dilarutkan dalam zat asam sehingga lebih mudah dimurnikan untuk mendapatkan kalsiumnya (Pandiangan *et al.*, 2016), karena kandungan CaCO_3 yang melimpah di dalam batu kapur maka kalsium karbonat memiliki potensi sebagai bahan baku katalis untuk pembuatan biodiesel yang berperan sebagai situs aktif pada katalis heterogen yakni CaO/SiO_2 . Katalis dari kalsium karbonat juga

banyak diminati karena mudah didapatkan dengan harga murah dan memiliki kelarutan yang rendah dalam minyak. Beberapa peneliti telah mensintesis CaO/SiO_2 dengan berbagai sumbernya sebagai katalis untuk transesterifikasi Haryono *et al.* (2020), Mohadesi *et al.* (2014) dan Pandiangan. (2017).

2.8 Silika Sekam Padi

Sekam padi merupakan hasil samping penggilingan padi yang paling melimpah sekitar 20% dan 65% beras dan sisanya hilang. Sekam padi mengandung sekitar 90%-98% silika setelah mengalami pembakaran sempurna (Agung *et al.*, 2013). Selain kandungan silika, terdapat juga komponen lain pada sekam padi seperti yang dilaporkan oleh Hidayatulloh *et al.* (2021) yang tercantum pada Tabel 3.

Tabel 3. Komposisi sekam padi.

Komposisi	Kadar (%)
SiO_2	86,90-97,30
K_2O	0,58-2,50
Fe_2O_3	0,00-0,54
CaO	0,2-2,84
MgO	0,12-1,96
Na_2O	0,00-1,75
P_2O_5	0,020-2,84

(Hidayatulloh *et al.*, 2021)

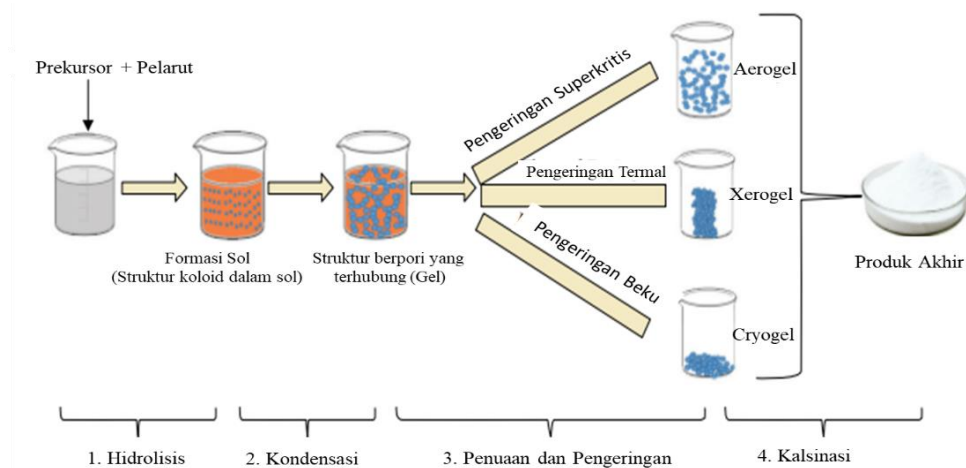
Karena kandungan silika yang cukup besar pada sekam padi, maka sekam padi dapat berpotensi sebagai sumber silika untuk dimanfaatkan sebagai penyangga pada katalis heterogen untuk transesterifikasi biodiesel. Selain sebagai penyangga katalis, silika sekam padi juga telah dimanfaatkan secara luas untuk bahan baku pembuatan zeolit, pembuatan keramik, serta berbagai material komposit.

Sekam padi yang memiliki kandungan silika dapat digunakan sebagai bahan baku yang bernilai ekonomis untuk produksi silika gel dan bubuk. Silika gel adalah amorf (non kristalin) dengan rumus senyawa kimia SiO_2 memiliki permukaan yang besar luas sekitar $\sim 500 \text{ m}^2/\text{g}$. Beberapa penelitian tentang ekstraksi silika sekam padi sudah banyak dilakukan dengan pelarut alkali dan pengendapan silika

dengan asam. Pada penelitian Pandiangan *et al.* (2008) mengekstraksi silika dari sekam padi menggunakan larutan KOH dengan berbagai konsentrasi dan larutan HNO₃ 10% sebagai pengendap, mendapatkan konversi terbesar yaitu 1,8690 g dari 50 g sekam padi pada konsentrasi larutan KOH 1,5% selama 30 menit.

2.9 Metode Sol-Gel

Metode sol gel merupakan metode yang digunakan untuk pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia, dimana pada proses pembentukannya terjadi perubahan fase sol (suspensi koloid) menjadi fasa cair *kontinyu* berupa gel. Metode sol gel memiliki beberapa keuntungan, antara lain tingkat stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik yang baik, daya tahan pelarut yang baik, menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi dan kehomogenan yang tinggi dan modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan. Selain itu juga metode sol-gel biayanya relatif murah, mudah dilakukan, dan produk yang dihasilkan berupa *xerogel* silika tidak beracun. Adapun sumber yang mengatakan bahwasanya tahapan proses sol gel terbagi atas empat tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, *aging* atau pematangan, dan *drying* atau pengeringan (Bokov *et al.*, 2021). Contoh skema berbagai tahap proses sol-gel ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Skema tahapan proses sol-gel (Bokov *et al.*, 2021).

Xerogel adalah hidrogel yang dihilangkan kandungan airnya secara konvensional sehingga didapatkan gel kering dengan meningkatkan suhu ataupun meningkatkan

tekanan sehingga air dapat keluar atau berkurang dan dihasilkan gel dalam keadaan kering. *Xerogel* memiliki banyak aplikasi antara lain yaitu sebagai katalis, adsorben, kromatografi kolom, pada kosmetik, dan juga pada bidang farmasi. Selain *xerogel* jenis lainnya yaitu *aerogel* dan *cryogel* (Ayu *et al.*, 2013).

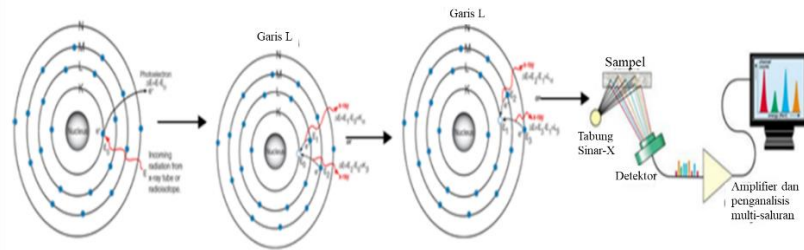
Berbagai metode telah dilakukan untuk meningkatkan kemampuan material SiO_2 salah satunya dengan menggunakan metode sol gel. Metode ini digunakan karena kemampuannya dalam mengontrol sifat permukaan komposit oksida (Milawati *et al.*, 2021). Beberapa peneliti telah menggunakan metode sol gel dalam proses sintesis katalis heterogen untuk produksi biodiesel adalah Moradi *et al.* (2014) dan Simanjuntak *et al.* (2013).

2.10 Karakterisasi Katalis

Pada penelitian ini dilakukan beberapa analisis terhadap katalis CaO/SiO_2 yang terbentuk. Analisis tersebut meliputi penggunaan XRF untuk mengidentifikasi unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel, XRD untuk menganalisis kristalografi sampel, SEM untuk mengetahui morfologi permukaan sampel, dan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi.

2.10.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan alat yang umum digunakan untuk mengidentifikasi kandungan atau komponen unsur dan persentase yang terdapat dalam suatu material. Metode XRF mempunyai beberapa keuntungan diantaranya analisisnya cepat, dapat mendeteksi berbagai macam material (*multielemental*), biaya relatif murah, dan hasil analisis bersifat kualitatif dan kuantitatif. Disisi lain, metode XRF juga memiliki kelemahan yakni tidak dapat mendeteksi unsur karbon dalam logam. Dasar dari spektrometri XRF adalah deteksi dan pengukuran sinar-x yang dipancarkan dari atom-atom sampel yang diiradiasi. Seberkas sinar-x diarahkan ke sampel, menarik beberapa atom dalam sampel ke tingkat energi di atas keadaan dasarnya (Saxe *et al.*, 1964). Skema kerja alat XRF ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Skema kerja alat XRF (PANalytical, 2009).

Tabel 4 menunjukkan hasil karakterisasi dengan XRF pada penelitian yang dilakukan oleh Haryono *et al.* (2020) dari konversi CaO dan SiO₂ dari tahap penyiapan prekursor katalis, menunjukkan bahwa CaO dan SiO₂ dijumpai dalam kadar dominan pada masing-masing campurannya dengan berbagai oksida logam lainnya sebagai pengotor. Kadar CaO dalam hasil kalsinasi cangkang telur sebesar 97,8%, sedangkan pada tahap penyiapan SiO₂ diperoleh hasil dengan kadar SiO₂ sebesar 86,3%.

Tabel 4. Konversi dan hasil karakterisasi dengan X-Ray Fluorescence dari tahap penyiapan prekursor katalis pada pembuatan biodiesel dari minyak kemiri sunan.

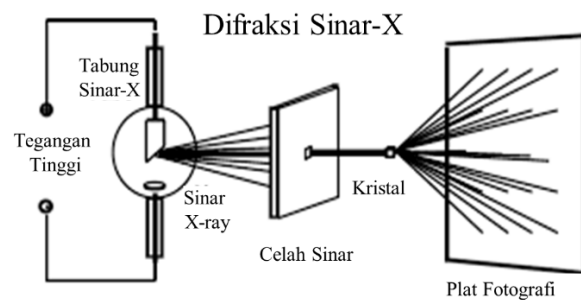
Oksida logam (Metal oxide)	Komposisi (Composition, %)		Konversi (Yield, %)	
	Penyiapan CaO ¹⁾ (CaO preparation)	Penyiapan SiO ₂ ²⁾ (SiO ₂ preparation)	Penyiapan CaO ¹⁾ (CaO preparation)	Penyiapan SiO ₂ ²⁾ (SiO ₂ preparation)
CaO	97,8	-		
SiO ₂	0,157	86,3		
MgO	1,17	-		
Fe ₂ O ₃	0,0027	0,0085		
CuO	-	0,0016	55,69±0,94	95,85±3,93
K ₂ O	0,0012	0,53		
SO ₃	0,193	0,0016		
P ₂ O ₅	0,208	-		

(Haryono *et al.*, 2020)

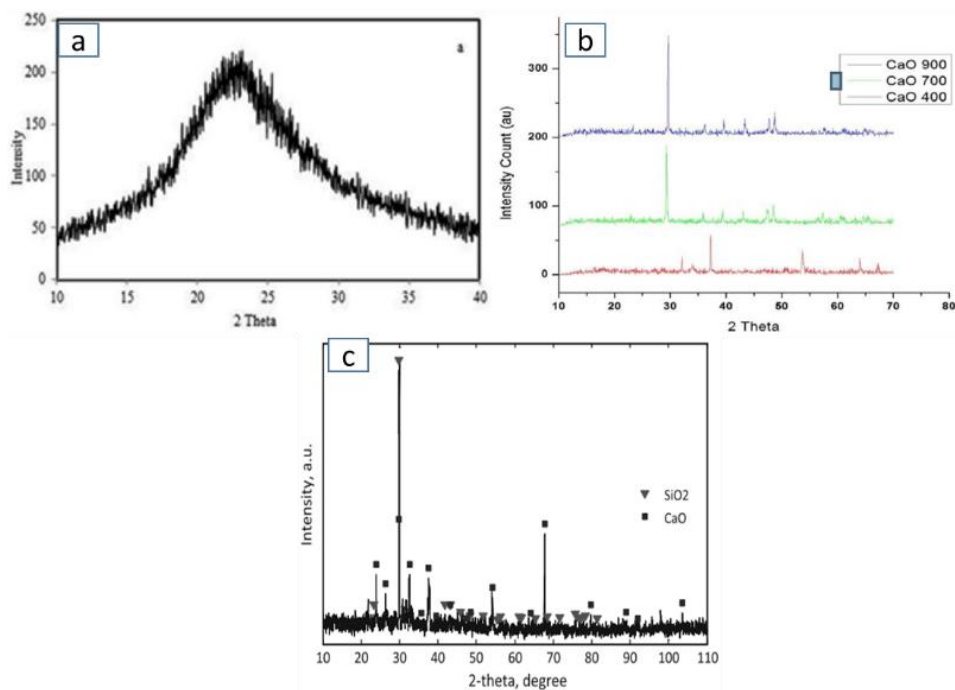
2.10.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik karakterisasi umum untuk bahan berskala nano. Analisis sampel dengan XRD bubuk memberikan informasi penting yang

melengkapi berbagai metode mikroskopis dan spektroskopi, seperti identifikasi fasa, kemurnian sampel, dan ukuran kristal (Holder and Schaak., 2019). Kristal merupakan susunan atom yang teratur, dan sinar-X dianggap sebagai gelombang radiasi elektromagnetik. Atom menyebarkan gelombang sinar-X, terutama melalui elektron atom. Radiasi sinar-X menunjukkan panjang gelombang yang sesuai dengan jarak interatomik biasa yang ada dalam padatan kristal, dan dengan demikian digunakan untuk menentukan ukuran domain kristal dan struktur bahan nano. XRD adalah metode untuk penentuan kristalinitas senyawa yang berbeda (Nasrollahzadeh *et al.*, 2019). Skema alat XRD dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Skema alat XRD (Nasrollahzadeh *et al.*, 2019).

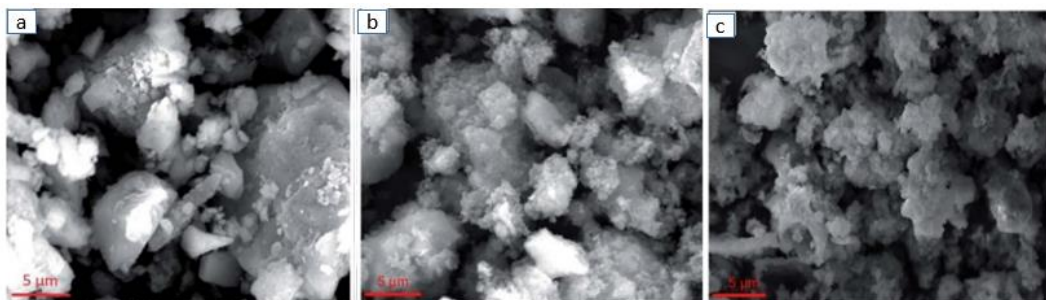


Gambar 5. Difraktogram XRD (a) silika sekam padi, (b) CaO dikalsinasi pada suhu berbeda, dan (c) katalis CaO/SiO₂ (Moradi *et al.*, 2014).

Gambar 5 menunjukkan contoh difraktogram XRD berbagai sampel. Gambar 5a menunjukkan difraktogram XRD dari silika sekam padi, seperti yang dilaporkan oleh Simanjuntak *et al.* (2016) pola difraksi dengan jelas menunjukkan keberadaan sampel sebagai bahan amorf. Keadaan silika amorf ini dicirikan oleh adanya puncak melebar yang berpusat pada $2\theta = 21,6^\circ$. Gambar 5b juga menunjukkan pola XRD serbuk CaO yang dikalsinasi pada suhu yang berbeda (Das *et al.*, 2020), Jarak dari puncak pada 2θ sangat cocok dengan data standar (JCPDS 21-0155) Untuk CaO, masing-masing adalah 32° , $37,23^\circ$, $53,50^\circ$, 64° dan $67,39^\circ$. Pada Gambar 5c pola XRD CaO/SiO₂ yang dilaporkan oleh Moradi *et al.* (2014) menunjukkan puncak difraksi utama milik SiO₂ menyajikan puncak difraksi utama pada $2\theta = 23.365^\circ$, 29.808° , 41.784° dan 43.294° , dan CaO menampilkan puncak difraksi utama pada $2\theta = 23.988^\circ$, 29.777° , 32.665° , 37.642° dan 67.798° . CaSiO₃ dan Ca₂(SiO₄) juga terdeteksi pada analisis XRD.

2.10.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning electron microscope (SEM) adalah salah satu metode umum digunakan untuk mengidentifikasi struktur mikro dan morfologi bahan. Dalam SEM, berkas elektron dengan energi rendah dipancarkan ke material dan memindai permukaan sampel. Beberapa interaksi yang berbeda terjadi saat berkas mencapai dan memasuki material, yang menyebabkan emisi foton dan elektron dari atau dekat permukaan sampel (Omidi *et al.*, 2017). Untuk membentuk gambar, sinyal penerima yang dihasilkan dari interaksi elektron-sampel dideteksi dengan berbagai jenis detektor tergantung pada mode SEM yang digunakan.

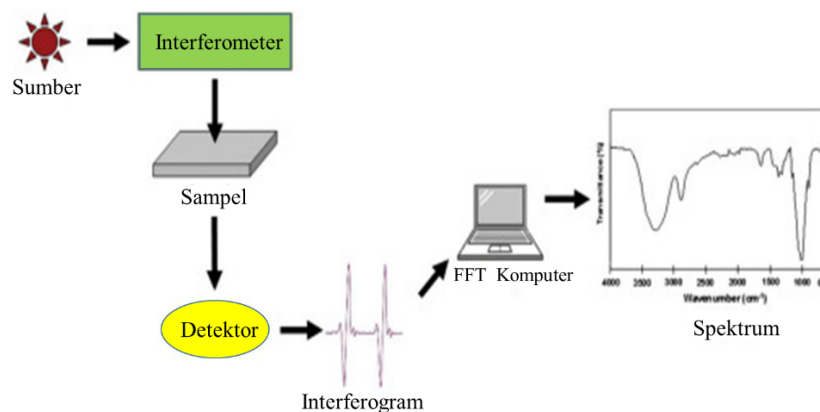


Gambar 6. Mikrograf SEM (a) SiO₂, (b) CaO, dan (c) katalis CaO/SiO₂ (Putra *et al.*, 2017).

Putra *et al.* (2017) mensintesis CaO/SiO₂ menggunakan prekursor dari cangkang telur sebagai sumber CaO dan tandan kelapa sawit sebagai sumber silika. Gambar 6 menunjukkan gambar SEM untuk katalis CaO, SiO₂, dan katalis CaO/SiO₂. Gambar 6a menunjukkan struktur CaO tanpa penyangga, seperti sarang lebah, dengan tekstur katalis dimana partikel diaglomerasi. Pada Gambar 6b, silika yang dihasilkan memiliki partikel padat yang kuat. Gambar 6c menunjukkan bahwa CaO terdistribusi secara merata pada permukaan silika, karena domain kristal kecil CaO menyebar di permukaan silika.

2.10.4 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

FTIR adalah sebuah teknik yang digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas atau Raman Scattering dari sampel padat, cair dan gas (Mohamed and Janaki, 2021). FTIR dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari senyawa-senyawa organik maupun anorganik berdasarkan bilangan gelombang. Selain itu, FTIR juga dapat digunakan untuk analisa kualitatif meliputi analisa gugus fungsi beserta polanya dan analisa kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu. Prinsip kerja spektroskopi FTIR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Skema proses kerja FTIR dapat dilihat pada Gambar 7.



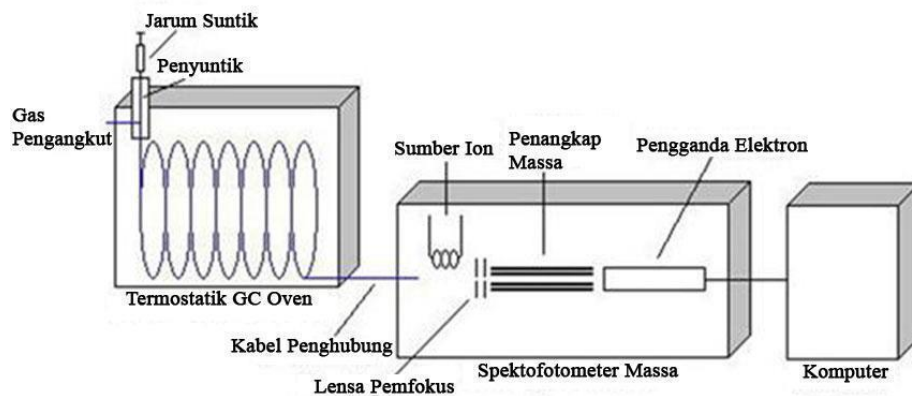
Gambar 7. Skema proses kerja FTIR (Undavalli *et al.*, 2021)

FTIR adalah salah satu instrumen berbasis spektroskopi inframerah. Dasar dari teknologi spektroskopi infra merah adalah pada getaran atomik suatu molekul yang hanya menyerap frekuensi dan energi tertentu dari radiasi infra merah.

Molekul dapat dideteksi dan diklasifikasikan oleh FTIR karena molekul yang berbeda juga memiliki spektrum inframerah yang berbeda. Diagram proses kerja FTIR ditunjukkan pada Gambar 7. Spektrometer FTIR pada dasarnya menggunakan interferometer untuk mengukur energi yang ditransmisikan ke sampel. Radiasi infra merah yang dipancarkan dari benda hitam mencapai interferometer tempat pengkodean spektral sinyal terjadi. Sinyal interferogram yang dihasilkan ditransmisikan melalui atau dipantulkan dari permukaan sampel, di mana panjang gelombang energi tertentu diserap. Sinar akhirnya melewati detektor dan selanjutnya diteruskan ke komputer pemrosesan untuk transformasi Fourier dari sinyal energi (Undavalli *et al.*, 2021).

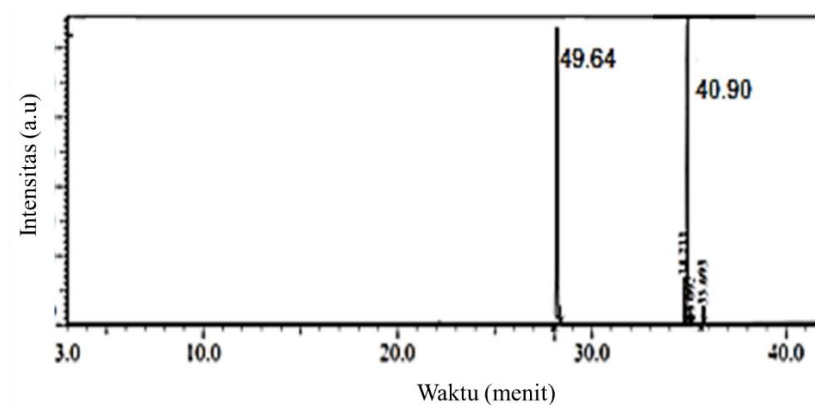
2.11 Analisis Biodiesel dengan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS)

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dikarakterisasi lebih lanjut untuk mendapatkan data mengenai karakteristik biodiesel. Pada penelitian ini biodiesel dikarakterisasi menggunakan GC-MS. *Gas Chromatography* merupakan teknik pemisahan komponen-komponen dalam suatu sampel berdasarkan perbedaan distribusi komponen-komponen tersebut ke dalam dua fasa, yaitu fasa gerak berupa gas dan fasa diam berupa cairan dan padatan. Tetapi, pemisahan komponen-komponen tersebut tidak berguna jika tidak dilakukan identifikasi. Oleh sebab itu, seiring berkembangnya teknologi, penggunaan *Gas Chromatography* digunakan secara bersamaan dengan instrumen lain yang berfungsi sebagai detektor seperti *Mass Spectrometry*. *Mass Spectrometry* tidak hanya dapat mendeteksi ada atau tidaknya analit, tetapi juga memberikan informasi struktur dari molekul, sehingga sering digunakan untuk mengidentifikasi senyawa (Stauffer, 2013). Skema alat GC-MS dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema alat GC-MS (Simangunson, 2015).

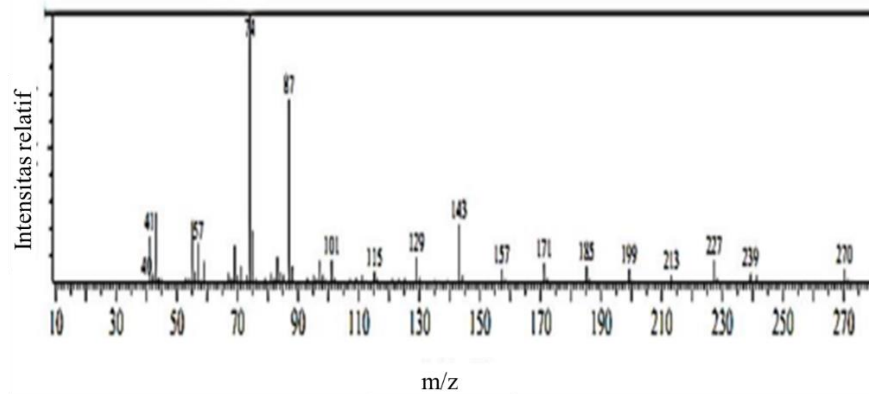
Prinsip kerja dari analisis GC-MS yaitu molekul-molekul gas bermuatan diseleksi berdasarkan massa dan beratnya, spektrum yang didapat dari perubahan sampel menjadi ion-ion bergerak dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan (m/e). Ionisasi menghasilkan fragmen-fragmen yang menghasilkan spektrum. Spektrum massa yang dihasilkan akan mempengaruhi sifat dari molekul, titik uap, potensial ionisasi, dan berfungsi sebagai alat penganalisis apakah kuadropol, *time of flight*, tunggal, atau ganda. Untuk mengidentifikasi komponen kimia, produk reaksi dianalisis menggunakan gas kromatografi ditambah dengan spektrometri massa (GC-MS).



Gambar 9. Contoh khas kromatogram minyak kelapa sawit (CPO) (Santoso *et al.*, 2019)

Pada penelitian yang telah dilaporkan oleh Santoso *et al.* (2019), pada Gambar 9 menunjukkan bahwa dalam kromatogram, terdapat empat penyusun utama senyawa metil ester, dimana puncak keempat berturut-turut dengan waktu retensi

(tR) 28,199 menit, 34,733 menit, 34,923 min dan 35.693 menit. Pola fragmentasi spektra massa dari masing-masing komponen hasil sintesis metil ester kemudian dianalisis. Contoh spektrum massa metil ester CPO dengan waktu retensi 28,199 menit ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Contoh spektrum massa metil ester dengan waktu retensi (tR) 28,199 menit (Santoso *et al.*, 2019).

Spektrum massa pada Gambar 10 kemudian dibandingkan dengan perpustakaan spektral massa yang terdaftar di WILEY8.LIB lalu dianalisis dengan pola dugaan fragmentasi dan senyawa tersebut adalah metil palmitat atau metil heksadekanoat. Persentase dari metil ester yang dihasilkan setara dengan luas area kromatogram. Hasil dari waktu retensi dan luas kromatogram diringkas dalam Tabel 5. Pada Tabel 5 menunjukkan bahwa sintesis metil ester menghasilkan CPO dengan kadar metil palmitat tertinggi sebesar 49,64% dan metil oleat sebesar 40,90%.

Tabel 5. Komponen kimia dari produk transesterifikasi minyak kelapa sawit (CPO).

Puncak	Waktu retensi	Persentase relatif (%)	Nama senyawa	Rumus kimia
1	28,199	49,64	Metil palmitat	$C_{17}H_{34}O_2$
2	34,733	5,52	Metil linoleat	$C_{19}H_{34}O_2$
3	34,923	40,90	Metil oleat	$C_{19}H_{36}O_2$
4	35,693	2,14	Metil stearat	$C_{19}H_{38}O_2$
5	Lainnya	1,8	-	-

(Santoso *et al.*, 2019)

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret 2022 sampai dengan September 2022 di Kimia Anorganik/Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi dan analisis dilakukan di beberapa tempat institusi yakni XRF (Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Negeri Padang), XRD (Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Bandung), SEM (Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung), FTIR (Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Negeri Padang) dan GC-MS (Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia Yogyakarta).

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik, indikator universal, oven, pemanas dan pengaduk magnetik, ayakan 300 mesh, cawan porselin, kertas saring, viskometer ostwald, termometer, seperangkat transesterifikasi, peralatan plastik dan gelas.

Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen XRD merk PANalytical tipe XPert-PRO, XRF tipe PANalytical Epsilon 3, SEM ZEISS EVO MA 10, dan FTIR *prestige 21* shimadzu IR. Analisis produk transesterifikasi menggunakan GC-MS tipe GCMS-QP2010 SE SHIMADZU. Analisis produk transesterifikasi juga dilakukan untuk menguji parameter fisik biodiesel sesuai SNI 7182:2015.

Bahan-bahan yang digunakan adalah batu kapur yang diperoleh dari Halaban Sumatera Barat, sekam padi, minyak kelapa sawit (*Crude Palm Oil*), NaOH, larutan HNO₃ 10%, HNO₃ pekat, metanol, dan akuades.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Sekam Padi

Pada penelitian ini, langkah awal yang dilakukan adalah preparasi sekam padi. Sekam padi dibersihkan dari pengotor dengan dicuci berulang menggunakan air bersih, disaring dan dipisahkan antara sekam padi yang mengapung dan tenggelam. Sekam padi yang mengapung dibuang, sedangkan sekam padi yang tenggelam dikumpulkan karena mengandung silika yang tinggi. Selanjutnya sekam padi yang telah bebas dari pengotor dikeringkan di bawah sinar matahari dan selanjutnya sekam padi siap digunakan untuk ekstraksi silika.

3.3.2 Ekstraksi Silika Sekam Padi

Metode ekstraksi silika sekam padi dalam penelitian ini mengadopsi metode yang telah dilakukan sebelumnya oleh (Simanjuntak *et al.*, 2016). Pada ekstraksi silika sekam padi digunakan 200 g sekam padi yang dipanaskan dalam 2 L larutan NaOH 1,5% hingga mendidih selama 30 menit. Hasil ekstraksi sekam padi di kumpulkan, didinginkan pada suhu ruang, dan didiamkan selama 12 jam. Setelah itu, filtrat yang mengandung silika (sol silika) disaring dan ditambahkan larutan HNO₃ 10% secara bertahap hingga sol silika berubah bentuk menjadi gel silika pada pH netral (7,0) yang diukur menggunakan indikator universal. Gel silika yang terbentuk didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam, kemudian dicuci dengan air hangat sambil disaring menggunakan saringan 200 mesh hingga bersih dan berwarna putih. Silika yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C dan dihaluskan dengan saringan 300 mesh.

3.3.3 Sintesis Katalis CaO/SiO₂ dengan Metode Sol-gel

Preparasi katalis heterogen CaO/SiO₂ dilakukan dengan teknik sol gel dengan komposisi massa 1:10. CaO yang digunakan pada penelitian ini bersumber dari batu kapur yang berasal dari Halaban, yang memiliki kandungan Ca sebesar 98% (Pandiangan *et al.*, 2019). Batu kapur digerus dan diayak dengan ayakan 300

mesh. Batu kapur selanjutnya dikalsinasi dengan suhu 600°C selama 6 jam untuk menghilangkan kadar CO_2 . CaO sebanyak 2 g dilarutkan ke dalam HNO_3 pekat. Sebanyak 20 g silika kering hasil ekstraksi dilarutkan ke dalam 600 mL larutan NaOH 1,5% kemudian larutan diaduk dengan pengaduk magnetik sampai terbentuk sol silika. Selanjutnya ke dalam sol silika tersebut ditambahkan dopan CaO yang telah dilarutkan dalam HNO_3 pekat.

Larutan tetap diaduk dengan pengaduk magnetik supaya distribusi logam merata di dalam larutan, pH dikontrol hingga terjadi pembentukan gel. Gel disaring dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 24 jam untuk menghilangkan air yang masih tersisa dalam gel. CaO/SiO_2 kering kemudian dihaluskan dan selanjutnya dikalsinasi.

3.3.4 Kalsinasi Katalis

Katalis CaO/SiO_2 dikalsinasi menggunakan *furnace* dengan suhu bervariasi yakni 500, 600, 700, 800 dan 900°C selama 6 jam. Fungsi dilakukan kalsinasi yakni untuk memperluas pori-pori katalis serta menghilangkan zat-zat yang tidak berguna pada katalis. Berikut ini adalah langkah-langkah penggunaan *furnace*:

1. Disiapkan sampel yang digunakan untuk dikalsinasi.
2. Sampel dimasukkan ke dalam tanur/*furnace*.
3. Alat tanur dihubungkan dengan sumber tegangan, kemudian alat diatur dalam keadaan hidup atau "ON".
4. Suhu diatur sesuai dengan perlakuan sampel.
5. Tanur dimatikan ketika proses telah selesai.
6. Sampel dikeluarkan dari tanur.
7. CaO/SiO_2 digerus hingga diperoleh katalis dalam bentuk bubuk.

3.3.5 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi dilakukan terhadap katalis dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengidentifikasi unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam katalis, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menganalisis

pengaruh suhu kalsinasi terhadap katalis, apakah bersifat amorf atau kristalin, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel, dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi senyawa dari katalis menggunakan sinar radiasi inframerah.

3.3.6 Preparasi Minyak Kelapa Sawit

Penyiapan minyak kelapa sawit, minyak sawit didapatkan dari perusahaan yang berada di daerah Teluk Bayur Kota Padang. Minyak sawit disaring terlebih dahulu dan diendapkan agar pengotornya terpisah, lalu dipanaskan dipanaskan pada suhu 100 °C agar kadar air dalam minyak berkurang, lalu disaring dan minyak kelapa sawit siap digunakan untuk transesterifikasi.

3.3.7 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi

Pada penelitian ini masing- masing katalis CaO/SiO₂ dengan komposisi massa 1:10 yang dikalsinasi pada suhu 500, 600, 700, 800, dan 900 °C digunakan sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol untuk mendapatkan katalis terbaik. Fokus kajian dititikberatkan pada pengaruh nisbah metanol/minyak, jumlah katalis, dan waktu reaksi transesterifikasi terhadap jumlah Konversi reaksi. Untuk menguji aktivitas katalis CaO/SiO₂, dilakukan serangkaian percobaan transesterifikasi menggunakan metode yang telah dilakukan sebelumnya yaitu metode refluks (Moradi *et al.*, 2014).

Dalam pelaksanaannya, minyak sawit dengan jumlah tertentu dipanaskan terlebih dahulu hingga 100 °C untuk menghilangkan kadar airnya. Pada tahap awal ditambahkan sejumlah tertentu metanol dan katalis (persen massa katalis/massa minyak sawit), kemudian dimasukkan ke dalam reaktor transesterifikasi. Transesterifikasi dilakukan pada suhu konstan 70 °C selama 6 jam. Semua jenis katalis yang telah dikalsinasi pada suhu yang berbeda, diujicobakan untuk mendapatkan katalis terbaik. Katalis terbaik ditentukan berdasarkan persen konversi minyak menjadi metil ester dan selanjutnya digunakan untuk penentuan

pengaruh variabel kinetis lainnya yakni nisbah metanol terhadap minyak sawit, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi.

3.3.7.1 Pengaruh perbandingan nisbah metanol terhadap minyak

Dalam penelitian ini dipelajari pengaruh nisbah metanol terhadap minyak pada reaksi transesterifikasi. Percobaan dilakukan dengan variasi rasio minyak/metanol yang digunakan yakni dengan volume minyak sebagai variabel tetap yakni digunakan sebanyak 25 mL, sedangkan volume metanol divariasikan menjadi 75, 100, 125, 150, 175, 250 mL. Jumlah katalis sebesar 10% dari berat minyak. Pada uji reaksi transesterifikasi, minyak sawit, metanol, katalis, dan pengaduk magnet dimasukkan ke dalam labu didih 300 mL yang selanjutnya direfluks selama 6 jam pada suhu 70 °C.

Biodiesel yang dihasilkan dari metode refluks selanjutnya didiamkan hingga dingin, lalu disaring menggunakan kertas saring dan dimasukkan ke dalam corong pemisah dan didiamkan hingga terdapat 2 fase (fase atas dan fase bawah).

Biodiesel yang dihasilkan kemudian diukur volumenya dan dihitung persen konversinya. Nisbah metanol/minyak yang menghasilkan konversi terbanyak selanjutnya digunakan pada percobaan berikutnya, yakni penentuan jumlah katalis optimum.

3.3.7.2 Jumlah Katalis

Setelah diketahui katalis terbaik dan kondisi optimum dari variabel kinetis nisbah metanol terhadap minyak dengan persen konversi tertinggi, selanjutnya kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam percobaan ini variasi jumlah katalis yang dilakukan adalah 10, 15 dan 20% dari berat minyak (25 mL). Jumlah katalis yang menghasilkan konversi terbanyak merupakan jumlah katalis optimum yang selanjutnya digunakan pada tahap berikutnya, yakni variasi waktu transesterifikasi.

3.3.7.3 Waktu Reaksi Transesterifikasi

Setelah didapatkan nisbah metanol terhadap minyak dan jumlah katalis optimum, lalu digunakan untuk menentukan waktu optimum pada reaksi transesterifikasi, percobaan menggunakan katalis yang memiliki unjuk kerja terbaik. Pada penelitian ini variasi waktu transesterifikasi yang digunakan yakni 6, 8 dan 10 jam, sementara kondisi reaksi lainnya dipertahankan.

3.3.8 Analisis Produk Biodiesel

Biodiesel yang dihasilkan pada penelitian ini Analisis biodiesel meliputi *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) dan penentuan kualitas biodiesel meliputi densitas dan viskositas berdasarkan SNI 7182:2015.

3.3.8.1 *Analysis Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

Produk yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit selanjutnya dianalisis dengan menggunakan instrumen GC-MS. Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen dalam produk dan untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat dalam minyak kelapa sawit mampu diubah menjadi metil ester (Pandiangan *et al.*, 2016).

3.3.8.2 Uji Kualitas Biodiesel

Produk yang dihasilkan pada penelitian ini, diuji kualitasnya dengan beberapa parameter fisik, yakni densitas dan viskositas yang didasarkan pada SNI 7182:2015.

a. Analisis Densitas Biodiesel

Densitas adalah pengukuran massa setiap satuan volume benda pada suhu tertentu. Langkah-langkah untuk analisis intensitas biodiesel adalah sebagai berikut:

- 1) Piknometer kosong dikeringkan dalam oven lalu ditimbang terlebih dahulu.
- 2) Lalu piknometer diisi dengan akuades suhu 20 °C kemudian disimpan dalam water bath pada suhu 25 °C selama 30 menit.

- 3) Piknometer kemudian diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat akuades diperoleh dari berat piknometer berisi akuades dikurang berat piknometer kosong).
- 4) Pada tahap selanjutnya sampel didinginkan sampai suhu 20 °C.
- 5) Kemudian biodiesel dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.
- 6) Bagian luar piknometer dikeringkan dan piknometer ditempatkan di dalam water bath pada suhu konstan 25 °C selama 30 menit.
- 7) Piknometer diangkat dari water bath lalu dikeringkan, dan ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung berat piknometer berisi sampel dikurang berat piknometer kosong).
- 8) Pengukuran dilakukan 3 kali dan dihitung menggunakan Persamaan 3.

b. Analisis Viskositas Biodiesel

Viskositas biodiesel diukur dengan menggunakan viskometer Ostwald, Langkah-langkah untuk analisis viskositas biodiesel adalah sebagai berikut:

- 1) Sampel disaring dengan filter berukuran 75 μm .
- 2) Viskometer diisi dengan contoh lalu diletakkan di dalam bak (suhu bak viskometer dinaikkan pada 15-100 °C hingga diperoleh kisaran waktu 30 menit).
- 3) Jika kondisi viskometer telah mencapai kondisi yang diinginkan maka ketinggian sampel dengan kapiler disesuaikan menggunakan pompa hisap hingga melebihi sedikit garis batas (a).
- 4) Sampel dibiarkan turun serta dihitung waktu menggunakan *stopwatch* sampai tanda batas (b) (waktu yang diukur adalah waktu minus untuk melewati dari sasaran pertama (a) menuju sasaran kedua (b)).
- 5) Pengukuran dilakukan tiga kali. Nilai viskositas kemudian dihitung dengan Persamaan 2.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Katalis CaO/SiO_2 dengan massa 1:10 berhasil disintesis yang bersumber dari silika sekam padi dan batu kapur menggunakan metode sol-gel.
2. Hasil karakterisasi XRF didapatkan komposisi katalis didominasi oleh oksida logam SiO_2 dan CaO masing-masing adalah 71,393% dan 21,911%.
3. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi katalis semakin tinggi pula derajat kristalinitas yang dihasilkan.
4. Variasi parameter reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit yang meliputi nisbah metanol: minyak, jumlah katalis dan waktu reaksi menggunakan katalis CaO/SiO_2 1:10 suhu kalsinasi 800 °C masih kurang maksimal, ditandai dengan rendahnya tingkat konversi yakni 48% pada nisbah metanol: minyak 1:10, jumlah katalis 15%, dan waktu reaksi 6 jam.
5. Hasil dengan GC-MS menunjukkan kandungan tertinggi dari produk transesterifikasi minyak kelapa sawit yakni metil oleat 61,38% dan metil palmitat sebesar 36,61%. Hasil ini sesuai dengan metil ester yang terkandung dalam minyak kelapa sawit.
6. Karakterisasi parameter fisik biodiesel menunjukkan viskositas dan densitas belum memenuhi standar SNI 7182:2015.

5.2 Saran

Berdasarkan unjuk kerja katalis CaO/SiO_2 yang disintesis untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit, maka penelitian selanjutnya disarankan untuk bahan baku perlu dilakukan pra perlakuan untuk mengetahui sifat kimia dan fisika sesuai standar SNI yang ditetapkan sehingga didapatkan hasil yang lebih maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal, M., Chauhan, G., Chaurasia, S. P., and Singh, K. 2012. Study of Catalytic Behavior of KOH as Homogeneous and Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 43(1): 89–94.
- Agung M, G. F., Hanafie Sy, M. R., dan Mardina, P. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Konversi*. 2(1): 28-31.
- Al-Widyan, M. I., and Al-Shyoukh, A. O. 2002. Experimental Evaluation of the Transesterification of Waste Palm Oil Into Biodiesel. *Bioresource Technology*. 85(3): 253–256.
- Allen, C. A. W., Watts, K. C., Ackman, R. G., and Pegg, M. J. 1999. Predicting the Viscosity of Biodiesel Fuels from Their Fatty Acid Ester Composition. *Fuel*. 78(11): 1319–1326.
- Ayu, A. M., Wardhani, S., and Darjito. 2013. Studi Pengaruh Konsentrasi NaOH dan pH Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa. *Kimia Student Journal Universitas Brawijaya*. 2(2): 517–523.
- Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi. (2021). *Outlook Energi Indonesia 2021 : Perspektif Teknologi Energi Indonesia: Tenaga Surya untuk Penyediaan Energi Charging Station*. Pusat Pengkajian Industri Proses dan Energi. Jakarta. 17–48.
- Bokov, D., Turki Jalil, A., Chupradit, S., Suksatan, W., Javed Ansari, M., Shewael, I. H., Valiev, G. H., and Kianfar, E. 2021. Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. *Advances in Materials Science and Engineering 2021*. 1–4.
- Boucher., M. B., Unker, S. A., Hawley, K. R., Wilhite, B. A., Stuart, J. D., and Parnas, R. S. 2008. Variables Affecting Homogeneous Acid Catalyst Recoverability and Reuse After Esterification of Concentrated Omega-9 Polyunsaturated Fatty Acids in Vegetable Oil Triglycerides. *Green Chemistry*. 10(12): 1331–1336.

- Budiyanto, Silsia, D., Efendi, Z., & Janika, R. 2010. Perubahan Kandungan B-Karoten, Asam Lemak Bebas dan Bilangan Peroksida Minyak Sawit Merah Selama Pemanasan. *Jurnal Agritech*. 30(2): 75–79.
- Caserini, S., Storni, N., and Grosso, M. 2022. The Availability of Limestone and Other Raw Materials for Ocean Alkalinity Enhancement. *Global Biogeochemical Cycles*. 36(5): 4–15.
- Chen, G. Y., Shan, R., Shi, J. F., and Yan, B. B. 2015. Transesterification of Palm Oil to Biodiesel Using Rice Husk Ash-Based Catalysts. *Fuel Processing Technology*. 133: 8–13.
- Chen, H., Peng, B., Wang, D., and Wang, J. 2007. Biodiesel Production by the Transesterification of Cottonseed Oil by Solid Acid Catalysts. *Frontiers of Chemical Engineering in China*. 1(1): 11–15.
- Choudhury, H. A., Goswami, P. P., Malani, R. S., and Moholkar, V. S. 2014. Ultrasonic Biodiesel Synthesis From Crude Jatropha Curcas Oil with Heterogeneous Base Catalyst: Mechanistic Insight and Statistical Optimization. *Ultrasonics Sonochemistry*. 21(3): 1050–1064.
- Darnoko, D., and Cheryan, M. 2000. Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor. *JAACS, Journal of the American Oil Chemists' Society*. 77(12): 1263–1267.
- Das, V., Tripathi, A. M., Borah, M. J., Dunford, N. T., and Deka, D. 2020. Cobalt-doped CaO Catalyst Synthesized and Applied for Algal Biodiesel Production. *Renewable Energy*. 161: 1110–1119.
- Demirbaş, A. 2003. Biodiesel Fuels from Vegetable Oils Via Catalytic and Non-Catalytic Supercritical Alcohol Transesterifications and Other Methods: a Survey. *Energy Conversion and Management*. 44(13): 2093–2109.
- Deshpande, P., and Kulkarni, K. 2012. Production and Evaluation of Biodiesel from Palm Oil and Ghee (Clarified Butter). *Chemical and Process Engineering Research*. 2(6): 33–42.
- Djarmiko, B dan Widjaja, A, P. 1973. *Minyak dan Lemak*. Bogor: Departement THP IPB. Bogor. 74-76.
- Eevera, T., Rajendran, K., and Saradha, S. 2009. Biodiesel Production Process Optimization and Characterization to Assess the Suitability of the Product for Varied Environmental Conditions. *Renewable Energy*. 34(3): 762–765.

- Efri Mardawati, Mahdi Singgih Hidayat, Devi Maulida Rahmah, dan S Rosalinda. 2019. Produksi Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit Kasar *Off Grade* dengan Variasi Pengaruh Asam Sulfat Pada Proses Esterifikasi Terhadap Mutu Biodiesel yang Dihasilkan. *Jurnal Industri Pertanian*. 01:46–60.
- El-Nahhal, I. M., Salem, J. K., and Tabasi, N. S. 2018. Uptake of curcumin by supported metal oxides (CaO and MgO) mesoporous silica materials. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 87(3): 647–656.
- Evangelista, J. P. C., Chellappa, T., Coriolano, A. C. F., Fernandes, V. J., Souza, L. D., and Araujo, A. S. 2012. Synthesis Of Alumina Impregnated with Potassium Iodide Catalyst for Biodiesel Production from Rice Bran Oil. *Fuel Processing Technology*. 104: 90–95.
- Fitria. 2013. Pengaruh Perbandingan Solar-Biodiesel (Minyak Jelantah) Terhadap Emisi Gas Buang pada Motor Diesel. *Journal of Chemical Information and Modeling*. 53(9): 1689–1699.
- Haryono, H., Yuliyati, Y. B., Noviyanti, A. R., Rizal, M., dan Nurjanah, S. 2020. Karakterisasi Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan dengan Katalis Heterogen Silika Terimpregnasi Kalsium Oksida (CaO/SiO₂). *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 38(1): 10–20.
- Hayyan, A., Alam, M. Z., Mirghani, M. E. S., Kabbashi, N. A., Hakimi, N. I. N. M., Siran, Y. M., and Tahiruddin, S. 2011. Reduction of High Content of Free Fatty Acid in Sludge Palm Oil Via Acid Catalyst for Biodiesel Production. *Fuel Processing Technology*. 92(5): 920–924.
- Hidayatulloh, C. Y., Iskandar, A. S., Al-ayubi, S., Permanasari, A. R., dan Kunci, K. 2021. Kajian Pustaka Pemanfaatan Silika Sekam Padi sebagai Aerogel Adsorben untuk Menurunkan Kandungan Logam pada Air. *Industrial Research Workshop and National Seminar*. 779–784.
- Holder, C. F., and Schaak, R. E. 2019. Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials. *ACS Nano*. 13(7): 7359–7365.
- Jitputti, J., Kitiyanan, B., Rangsunvigit, P., Bunyakiat, K., Attanatho, L., and Jenvanitpanjakul, P. 2006. Transesterification of Crude Palm Kernel Oil and Crude Coconut Oil by Different Solid Catalysts. *Chemical Engineering Journal*. 116(1): 61–66.
- Kementrian ESDM. 2020. *Rencana Strategis Kementerian Energi Dan Sumber Daya Mineral Tahun 2020-2024*. Jakarta. 1-21.

- Ketcong, A., Meechan, W., Naree, T., Seneevong, I., Winitorn, A., Butnark, S., and Ngamcharussrivichai, C. 2014. Production of Fatty Acid Methyl Esters Over a Limestone-Derived Heterogeneous Catalyst in a Fixed-Bed Reactor. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 20(4): 1665–1671.
- Kirboga, S., and Oner, M. 2013. Effect of the Experimental Parameters on Calcium Carbonate Precipitation. *Chemical Engineering Transactions*. 32: 2119–2124.
- Kumar, T. A., Kumar, A., and Raheman, H. 2007. Biodiesel Production From Jatropha Oil (*Jatropha Curcas*) with High Free Fatty Acids: an Optimized Process. *Biomass and Bioenergy*. 31(8): 569–575.
- Lani, N. S., Ngadi, N., Yahya, N. Y., and Rahman, R. A. 2017. Synthesis, Characterization and Performance of Silica Impregnated Calcium Oxide as Heterogeneous Catalyst In Biodiesel Production. *Journal of Cleaner Production*. 146: 116–124.
- Likozar, B., and Levec, J. 2014. Transesterification of Canola, Palm, Peanut, Soybean and Sunflower Oil with Methanol, Ethanol, Isopropanol, Butanol and Tert-butanol to Biodiesel: Modelling of Chemical Equilibrium, Reaction Kinetics and Mass Transfer Based on Fatty Acid Composition. *Applied Energy*. 123: 108–120.
- Lu, Q., Yuan, S., Liu, C., Zhang, T., Xie, X., Deng, X., and He, R. 2020. A Fe-Ca/SiO₂ Catalyst for Efficient Production of Light Aromatics from Catalytic Pyrolysis of Biomass. *Fuel*. 279: 118-500.
- Mahreni, dan Sulistyawati, E. 2011. Pemanfaatan Kulit Telur Sebagai Katalis Biodiesel dari Minyak Sawit dan Metanol. *Rekayasa Kimia Dan Proses*. 1–6.
- Marchetti, J. M., Miguel, V. U., and Errazu, A. F. 2007. Heterogeneous Esterification of Oil With High Amount of Free Fatty Acids. *Fuel*. 86(5–6): 906–910.
- Martínez, A., Mijangos, G. E., Romero, I. I. C., Hernández, A. R., and Mena, C. V. Y. 2019. In-Situ Transesterification of *Jatropha Curcas* L. Seeds Using Homogeneous and Heterogeneous Basic Catalysts. *Fuel*. 235: 277–287.
- Meliyani, L. 2015. *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ Dari CaCO₃ Dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel*. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung. 11-15.
- Milawati, S., Syahbanu, I., dan Sasri, R. 2021. Sintesis Komposit TiO₂-SiO₂ Menggunakan Metode Sol-Gel-Hidrotermal. *Jurnal ILMU DASAR*. 22(1): 51-58.

- Mohadesi, M., Hojabri, Z., and Moradi, G. 2014. Biodiesel Production Using Alkali Earth Metal Oxides Catalysts Synthesized by Sol-Gel Method. *Biofuel Research Journal*. 1(1): 30–33.
- Mohamed, B. A., & Janaki, P. (2021). Determination of Active Ingredients in Commercial Insecticides Using Spectral Characteristics of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). *Journal of Applied and Natural Science*. 13(SI): 110–123.
- Moradi, G., Mohadesi, M., and Hojabri, Z. 2014. Biodiesel Production By CaO/SiO₂ Catalyst Synthesized by the Sol–Gel Process. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*. 113(1): 169–186.
- Nasrollahzadeh, M., Atarod, M., Sajjadi, M., Sajadi, S. M., and Issaabadi, Z. 2019. Plant-Mediated Green Synthesis of Nanostructures: Mechanisms, Characterization, and Applications. *Interface Science and Technology*. 28: 199–322.
- Niju, S., Meera Sheriffa Begum, K. M., and Anantharaman, N. 2016. Enhancement of Biodiesel Synthesis Over Highly Active CaO Derived from Natural White Bivalve Clam Shell Enhancement of Biodiesel Synthesis Over Highly Active CaO. *Arabian Journal of Chemistry*. 9(5): 633–639.
- Nunes, A. L. B., and Castilhos, F. 2020. Chemical Interesterification of Soybean Oil and Methyl Acetate to FAME Using CaO as Catalyst. *Fuel*. 267: 117–264.
- Nurfiqih, D., and Hakim, L. 2021. Pengaruh Suhu, Persentase Air, dan Lama Penyimpanan Terhadap Persentase Kenaikan Asam Lemak Bebas (Alb) pada Crude Palm Oil (CPO). *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*. 2: 1–14.
- Obeid, M. M. 2014. Crystallization of Synthetic Wollastonite Prepared from Local Raw Materials. *International Journal of Materials and Chemistry*. 4(4): 79–87.
- Omidi, M., Fatehinya, A., Farahani, M., Akbari, Z., Shahmoradi, S., Yazdian, F., Tahiri, M., Moharamzadeh, K., Tayebi, L., and Vashae, D. 2017. Characterization of Biomaterials. *Biomaterials for Oral and Dental Tissue Engineering*. 97–115.
- Ong, H. C., Silitonga, A. S., Masjuki, H. H., Mahlia, T. M. I., Chong, W. T., and Boosroh, M. H. 2013. Production and Comparative Fuel Properties of Biodiesel from Non-edible Oils: *Jatropha Curcas*, *Sterculia Foetida* and *Ceiba Pentandra*. *Energy Conversion and Management*. 73: 245–255.
- Padil, P., Wahyuningsih, S., dan Awaluddin, A. 2010. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa melalui Reaksi Metanolisis Menggunakan Katalis CaCO₃

yang Dipijarkan. *Jurnal Natur Indonesia*. 13(1): 27.

- Pandiangan, K. D., Irwan., S. G., Mita., R., Sonny., W., Dian., A., Syukri, A., & Novesar, J. 2008. *Karakteristik Keasaman Katalis Berbasis Silika Sekam Padi yang Diperoleh dengan Teknik Sol-Gel*. Prosiding Seminar Sains dan Teknologi (SATEK II) Universitas Lampung. 342-456.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Pratiwi, E., and Rilyanti, M. 2019. Characteristics and Catalytic Activity of Zeolite-A Synthesized from Rice Husk Silica and Aluminium Metal By Sol-Gel Method. *Journal of Physics: Conference Series*. 1338(1).
- Pandiangan, K. D., Jamarun, N., Arief, S., Simanjuntak, W., and Rilyanti, M. 2016. The Effect of Calcination Temperatures on the Activity of CaO and CaO/SiO₂ Heterogeneous Catalyst for Transesterification of Rubber Seed Oil in the Presence of Coconut Oil as a Co-Reactant. *Oriental Journal of Chemistry*. 32(6): 3021–3026.
- Pandiangan, K. D., and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut Oil using Dimethyl Carbonate and TiO₂/SiO₂ Heterogeneous Catalyst. *Indonesian Journal of Chemistry*. 13(1): 47–52.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Rilyanti, M., Jamarun, N., and Arief, S. 2017. Influence of Kinetic Variables on Rubber Seed Oil Trans-Esterification using Bifunctional Catalyst CaO-MgO/SiO₂. *Oriental Journal of Chemistry*. 33(6): 2891–2898.
- Pandiangan, Kamisah Delilawati. 2017. *Sintesis Katalis CaO dan MgO Berpendukung Silika Sekam Padi untuk Transesterifikasi Minyak Biji Karet*. Doctoral thesis. Universitas Andalas. 60-74.
- Putra, M. D., Ristianingsih, Y., Jelita, R., and Irawan, C. 2017. RSC Advances Potential Waste From Palm Empty Fruit Bunches and Eggshells as a Heterogeneous Catalyst for Biodiesel. *RSC Advances*. 7: 55547–55554.
- Reyero, I., Arzamendi, G., Zabala, S., and Gandía, L. M. 2015. Kinetics Of The NaOH-Catalyzed Transesterification of Sunflower Oil with Ethanol to Produce Biodiesel. *Fuel Processing Technology*. 129: 147–155.
- Said, M., Kimia, J. T., Teknik, F., Sriwijaya, U., Ilir, O., and Selatan, S. 2011. *Km-5 Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit*. Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya. Palembang. 26–27.
- Samart, C., Chaiya, C., and Reubroycharoen, P. 2010. Biodiesel Production by Methanolysis of Soybean Oil using Calcium Supported on Mesoporous Silica Catalyst. *Energy Conversion and Management*. 51(7): 1428–1431.

- Santoso, A., Sumari, Urfa Zakiyya, U., and Tiara Nur, A. 2019. Methyl Ester Synthesis of Crude Palm Oil Off Grade Using the K_2O/Al_2O_3 Catalyst and Its Potential as Biodiesel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 515: 012-042.
- Saxe, J. K., Bowers, T. S., and Reynolds Reid, K. 1964. Arsenic. *Environmental Forensics: Contaminant Specific Guide*. 279–292.
- Simangunson, G. M. 2015. *Penentuan Komponen Propolis dengan Metode Gas Chromatography - Mass Spektrometry (GC-MS)*. Skripsi. Universitas Sumatera Utara. 13-15.
- Simanjuntak, W., Sembiring, S., Manurung, P., Situmeang, R., and Low, I. M. 2013. Characteristics of Aluminosilicates Prepared from Rice Husk Silica and Aluminum Metal. *Ceramics International*. 39(8): 9369–9375.
- Simanjuntak, W., Sembiring, S., Pandiangan, K. D., Syani, F., and Situmeang, R. T. M. 2016. The Use of Liquid Smoke as a Substitute for Nitric Acid for Extraction of Amorphous Silica from Rice Husk Through Sol-Gel Route. *Oriental Journal of Chemistry*. 32(4): 2079–2085.
- Stauffer, E. 2013. Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *Encyclopedia of Forensic Sciences*. 2:259-602.
- Sun, C., Qiu, F., Yang, D., and Ye, B. 2014. Preparation of Biodiesel from Soybean Oil Catalyzed by Al-Ca Hydrotalcite Loaded With K_2CO_3 As Heterogeneous Solid Base Catalyst. *Fuel Processing Technology*. 126: 383–391.
- Supriyadi, S., Purwanto, P., Anggoro, D. D., and Hermawan. 2018. Enhancing Biodiesel from Kemiri Sunan Oil Manufacturing using Ultrasonics. *E3S Web of Conferences*. 31: 1–5.
- Tadeus, A., Silalahi, I. H., Endah, S., dan Aladin, S. 2013. Karakterisasi Katalis Zeolit-Ni Regenerasi dan Tanpa Regenerasi dalam Reaksi Perengkahan Katalitik. *Jurnal Kimia Dan Kemasan*. 2(1): 24–29.
- Tariq, M., Ali, S., and Khalid, N. 2012. Activity of Homogeneous and Heterogeneous Catalysts, Spectroscopic and Chromatographic Characterization of Biodiesel: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 16(8): 6303–6316.
- Thitsartarn, W., and Kawi, S. 2011. An Active and Stable $CaO-CeO_2$ Catalyst for Transesterification of Oil to Biodiesel. *Green Chemistry*. 13(12): 3423.

- Undavalli, V. K., Ling, C., and Khandelwal, B. 2021. Impact of Alternative Fuels and Properties on Elastomer Compatibility. In *Aviation Fuels*. 113–132.
- Van Loon, W. A., Linssen, J. P., Legger, A., and Voragen, A. G. 2006. Anti-Radical Power Gives Insight Into Early Lipid Oxidation Events During Frying. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 86(10): 1446–1451.
- Warren, M. S., Abazajian, K., Holz, D. E., and Teodoro, L. 2006. Precision Determination of the Mass Function of Dark Matter Halos. *The Astrophysical Journal*. 646(2): 881–885.
- Wu, H., Zhang, J., Wei, Q., Zheng, J., and Zhang, J. 2013. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using Zeolite Supported CaO as Strong Base Catalysts. *Fuel Processing Technology*. 109: 13–18.
- Xie, W., and Yang, Z. 2007. Ba–ZnO Catalysts for Soybean Oil Transesterification. *Catalysis Letters*. 117(3–4): 159–165.
- Zabeti, M., Wan Daud, W. M. A., and Aroua, M. K. 2009. Activity of Solid Catalysts for Biodiesel Production: A review. *Fuel Processing Technology*. 90(6): 770–777.
- Zahan, K., and Kano, M. 2018. Biodiesel Production from Palm Oil, its By-Products, and Mill Effluent: A Review. *Energies*. 11(8): 21–32.
- Zanuttini, M. S., Pisarello, M. L., and Querini, C. A. 2014. Butia Yatay Coconut Oil: Process Development for Biodiesel Production and Kinetics Of Esterification with Ethanol. *Energy Conversion and Management*. 85: 407–416.
- Zdarta, J., Meyer, A., Jesionowski, T., and Pinelo, M. 2018. A General Overview of Support Materials for Enzyme Immobilization: Characteristics, Properties, Practical Utility. *Catalysts*. 8(2): 92.
- Zhu, H., Wu, Z., Chen, Y., Zhang, P., Duan, S., Liu, X., and Mao, Z. 2006. Preparation of Biodiesel Catalyzed by Solid Super Base of Calcium Oxide and its Refining Process. *Chinese Journal of Catalysis*. 27(5): 391–396.