

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO_2
DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:5 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

(Skripsi)

Oleh

**Chori Rafika
1817011010**



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

ABSTRAK

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO₂ DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:5 SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT

Oleh

CHORI RAFIKA

Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ (batu kapur) dan silika sekam padi dengan komposisi massa 1:5 menggunakan metode sol gel, dan aplikasinya sebagai katalis dalam transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol. CaCO₃ dikalsinasi 600 °C untuk mendapatkan CaO, selanjutnya katalis disintesis dengan penambahan CaO ke dalam larutan silika. Sebelum digunakan, katalis CaO/SiO₂ 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 38,72 % 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 1:6, jumlah katalis 10 %, dan waktu reaksi 6 jam pada suhu 70 °C, dengan tingkat konversi minyak menjadi biodiesel maksimum yang dicapai adalah sebesar 40 %. 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 belum memenuhi standar SNI 7182:2015.

Kata kunci: Katalis CaO/SiO₂, metode sol gel, minyak kelapa sawit, transesterifikasi, biodiesel

ABSTRACT

THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURES ON THE ACTIVITY OF CaO/SiO₂ WITH MASS COMPOSITION 1:5 AS CATALYST FOR TRANSESTERIFICATION OF CRUDE PALM OIL

By

CHORI RAFIKA

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 CaO/SiO₂ 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 38,72 %, 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 1:6, the amount of catalyst was 10 %, and the reaction time was 6 hours at 70 °C, with the maximum conversion rate of oil to biodiesel achieved being 40 %. 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 do not meet SNI 7182:2015 standards.

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

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVASI CaO/SiO_2
DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:5 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

Oleh

Chori Rafika

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/SiO_2 DENGAN KOMPOSISI
MASSA 1:5 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

Nama : **Chori Rafika**

NPM : **1817011010**

Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**




1. **Komisi Pembimbing**

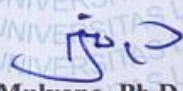
Pembimbing 1

Pembimbing 2


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

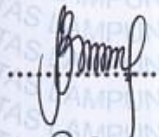

Dr. Ilim, M.S.
NIP 196505251990032002

2. **Ketua Jurusan Kimia FMIPA**

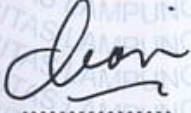

Mulyono, Ph.D.
NIP. 197406112000031002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

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

Sekretaris : Dr. Ilim, M.S.

Penguji
Bukan Pembimbing : Dr. Dian Herasari, M.Si.

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, M.Si.
NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 13 April 2023

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Chori Rafika
NPM : 1817011010
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi yang berjudul "**Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO₂ dengan Komposisi Massa 1:5 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit**" ini tidak terdapat karya yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dicantumkan dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selanjutnya, saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data didalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 15 Mei 2023



nyatakan,
Chori Rafika
NPM 1817011010

RIWAYAT HIDUP



Chori Rafika lahir di Desa Taman Fajar, Kec. Purbolinggo pada 02 Desember 2000. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Prayitno dan Ibu Kopsiatun. Penulis memiliki satu adik perempuan yang bernama Dela Safitri.

Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-Kanak di TK PKK-2 Desa Taman Fajar Tahun 2006. Penulis melanjutkan pendidikan sekolah dasar di SD Negeri 1 Desa Taman Fajar dan lulus pada tahun 2012. Pendidikan sekolah menengah pertama diselesaikan pada tahun 2015 di SMP Negeri 1 Purbolinggo. Pendidikan sekolah menengah atas diselesaikan pada tahun 2018 di SMA Negeri 1 Purbolinggo, dan pada tahun yang sama penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN (Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri).

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif mengikuti unit kegiatan mahasiswa di lingkungan MIPA maupun di lingkungan Unila. Penulis pernah mengikuti Karya Wisata Ilmiah yang diselenggarakan oleh BEM FMIPA Unila tahun 2019 dan menjadi Kader Muda Himaki 2018. Penulis pernah menjabat sebagai Anggota Biro Usaha Mandiri HIMAKI FMIPA Unila tahun 2019 dan 2020. Penulis telah menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Universitas Lampung dengan judul “Penyisihan Warna dari Air Sungai Way Sukadana Memanfaatkan Karbon Aktif Cangkang Biji Karet (*Havea brasiliensis*) Hasil Pirolisis Sebagai Adsorben” dan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Mandiri Putra Daerah di Desa Taman Cari, Kecamatan Purbolinggo, Kabupaten Lampung Timur pada tahun 2021.

Belajarliah dari kesalahan orang lain, anda tak dapat hidup cukup lama untuk melakukan semua kesalahan itu sendiri (Martin Vanbee).

Belajar tidak harus dengan duduk didalam ruangan, menggunakan seragam, dan seorang guru untuk mengajar (anonim).

Hidup bukan tentang mendapatkan apa yang kamu inginkan tapi, tentang menghargai apa yang kamu miliki dan sabar ,emamti apa yang akan menghampiri (Indradrajat)

SANWACANA

Alhamdulillah *rabbi' alamin*, Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “**Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO₂ dengan Komposisi Massa 1:5 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit**”. Skripsi ini adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak mungkin terselesaikan tanpa adanya bimbingan, dorongan, nasihat serta bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, Penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Prayitno dan Ibu Kopsiatun selaku kedua orang tua atas kasih sayang yang telah diberikan selama ini serta segala doa nasihat, motivasi dan dukungan finansial, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Semoga Allah SWT membalas atas segala yang telah diberikan dengan Jannah-Nya, Aamiin.
2. Ibu Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si. selaku Pembimbing 1 penelitian, atas segala bimbingan, dukungan dan motivasi serta saran yang diberikan kepada penulis sehingga penulis dengan lancar menjalani penelitian dan menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Dr. Ilim, M.S. selaku pembimbing II penelitian atas semua kritik, saran, bimbingan serta motivasi yang selalu diberikan dengan kesabaran dan keikhlasan kepada penulis selama penelitian.

4. Ibu Dr. Dian Herasari, S.Si, M.Si. selaku pembahas penelitian yang telah memberikan kritik serta saran kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
5. Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku pembimbing akademik dan sekretaris Jurusan Kimia FMIPA Unila, atas segala bimbingan, masukan dan motivasi yang diberikan kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.
7. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila.
8. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh ilmu, motivasi, dan pengalamannya yang telah diberikan kepada penulis selama menjalankan pendidikan di kampus. Semoga ilmu yang diberikan bermanfaat dan Allah SWT balas semua kebaikan bapak dan ibu dengan pahala yang berlimpah.
9. Seluruh staf administrasi dan pegawai di lingkungan Jurusan Kimia, Dekanat FMIPA, serta Universitas Lampung yang senantiasa membantu dalam sistem akademik, perkuliahan, penelitian, serta penyusunan skripsi dapat terselesaikan dengan baik.
10. Seluruh Keluarga yang telah memberikan semangat dan bantuan tiada henti kepada penulis.
11. Mahasiswa bimbingan Bu Kamisah (angkatan 2019): Rangga, Thio, Silvia, Erika yang telah memberikan semangat dan membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir.
12. Teman-teman seperjuangan, Keluarga Besar “**Chemistry 2018**” , atas kebersamaannya dari awal pertemuan sebagai mahasiswa sampai sekarang dan bahkan sampai masa depan. Kalian hebat, telah menjadi Rumah untukku bernaung. Maaf apabila apabila belum bisa menjadi teman atau sahabat yang baik bagi kalian. Semoga Allah SWT memberkahi dan meridhoi kita selama menjalankan pendidikan di kampus, dan semoga kita dapat mengaplikasikan ilmu yang telah didapat dalam berbagai bidang kehidupan yang akan ditekuni

selanjutnya, Aamiin. Chemistry 18!!! Kimia 18, Totalitas, Berkualitas Tanpa Batas!!!!

13. Bimbingan bu Kamisah 2018 (zulpa, elis randi) terimakasih sudah membantu penulis dalam menyelesaikan penulisan dan penelitian ini, mohon maaf apabila ada kesalahan selama ini.
14. Laki-laki chem 18 atas kebersamaanya selama ini, andi, dika, chasya, indra, raifar, ridho, aan, indra, fauzan, rifki, aldo, widi, reyhan, randi, ihsan, lanang, vincent, nanda dan hendriko, terimakasih telah mengajarkan arti kebersamaan, kekeluargaan dan kesolidan. Tetap Solid dan Semangat boy, harus yakin kalo kita bisa jadi orang hebat.
15. Keluarga besar Kimia 2015, 2016, 2017, 2019 dan 2020 atas persaudaraannya selama ini.
16. Terimakasih juga untuk my support system "Dwi Mega Ariani" yang telah membantu penulis menyelesaikan skripsi ini dengan baik, memberi semangat, dan menasehati penulis..!!!
17. Kakak-kakak yang main di kontrakan, kak risky, kak muhlis, kak kadek, kak jere, kak ocad, kak rusdy, kak arya, kak gray, kak jevi, yang membantu dan menyemangati penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
18. Almamaterku tercinta serta semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu, terimakasih atas segala bantuan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dan menyelesaikan studi sebagai mahasiswa S1 Kimia.

Akhir kata, Penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kurang dari kesempurnaan. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat bagi kita semua.

Bandar Lampung, 13 April 2023

Penulis

Chori Rafika

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	4
1.3 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Biodiesel	6
2.2 Katalis	7
2.2.1 Katalis Homogen	8
2.2.2 Katalis Heterogen	9
2.2.3 Sintesis Katalis CaO Berpenyangga Silika Sekam Padi	9
2.3 Karakterisasi Katalis	12
2.3.1 <i>X-ray Diffraction (XRD)</i>	12
2.3.2 <i>X-ray Fluorescence (XRF)</i>	14
2.3.3 <i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i>	15
2.3.4 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	16
2.4 Minyak Kelapa Sawit	17
2.5 Karakterisasi Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Nabati .	18
2.5.1 <i>Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC-MS)</i>	19
2.5.2 Densitas	20
III. METODE PENELITIAN	21
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat-Alat	21
3.2.2 Bahan-Bahan	22

3.3	Prosedur Kerja	22
3.3.1	Ekstraksi Silika Sekam Padi.....	22
3.3.2	Preparasi Katalis Heterogen CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol Gel	22
3.3.3	Karakterisasi Katalis.....	23
3.3.4	Preparasi Minyak Kelapa Sawit	24
3.3.5	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit	24
3.3.6	Analisis Produk Reaksi Transesterifikasi.....	26
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	29
4.1	Pengantar	29
4.2	Ekstraksi Silika Sekam Padi	29
4.3	Preparasi Katalis Heterogen CaO/SiO₂ dengan Metode Sol Gel.	31
4.4	Karakterisasi Katalis	32
4.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	32
4.4.2	<i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	35
4.4.3	<i>Fourier Transform InfraRed (FTIR)</i>	36
4.4.4	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	37
4.5	Preparasi Minyak Kelapa Sawit	40
4.6	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit	41
4.6.1	Pengaruh Nisbah Minyak dengan Metanol	44
4.6.2	Jumlah Katalis	45
4.6.3	Waktu Reaksi	46
4.7	Analisis Produk Reaksi Transesterifikasi.....	47
4.7.1	Analisis <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS)</i>	47
4.7.2	Analisis Densitas Biodiesel	48
V.	KESIMPULAN DAN SARAN	49
5.1	Kesimpulan	49
5.2	Saran.....	50
	DAFTAR PUSTAKA	51
	LAMPIRAN.....	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi transesterifikasi	7
2. Skema alat XRD.....	13
3. Difraktogram; (a) SiO ₂ hasil ekstraksi sekam padi; (b) CaO dari batu kapur; dan (c) CaO/SiO ₂	14
4. Spektra hasil karakterisasi XRF pada CaO.	15
5. Proses pengujian menggunakan instrumen FTIR	16
6. Analisis SEM; (a) silika hasil ekstraksi sekam padi; (b) CaO; dan (c) CaO/SiO ₂	17
7. Bentuk kromatogram GC hasil transesterifikasi minyak kelapa dengan metanol (Pandiangan and Simanjuntak, 2013).....	19
8. Tahapan untuk mendapatkan silika dari sekam padi; (a) sekam padi bebas pengotor; (b) proses ekstraksi sekam padi; (c) filtrat yang mengandung silika; (d) gel silika; (e) gel yang sudah kering; (f) serbuk silika.....	30
9. Tahapan-tahapan sintesis katalis CaO/SiO ₂ 1:5; (a) campuran larutan CaO/SiO ₂ ; (b) katalis CaO/SiO ₂ setelah disaring; (c) katalis CaO/SiO ₂ kering.	32
10. Difraktogram katalis dengan variasi suhu (a) 500; (b) 600; (c) 700; (d) 800; dan (e) 900 °C.....	33
11. Spektum FTIR katalis CaO/SiO ₂ yang dikalsinasi pada suhu 800 °C	36
12. Morfologi SEM CaO dari batu kapur, perbesaran (a) 1.000; (b) 5000; (c) 10.000; dan (d) 15.000x	37
13. Morfologi SEM SiO ₂ dari sekam padi, perbesaran (a) 1.000; (b) 5.000; (c) 10.000; dan (d) 15.000x	38
14. Morfologi SEM CaO/SiO ₂ kalsinasi 600 °C, perbesaran (a) 1.000; (b) 5.000; (c) 10.000; dan (d) 15.000x.....	39
15. Morfologi SEM CaO/SiO ₂ kalsinasi 800 °C, perbesaran (a) 1.000x; (b) 5.000; (c) 10.000; dan (d) 15.000x.....	39
16. Preparasi minyak kelapa sawit; (a) pemanasan minyak kelapa sawit; (b) penyaringan minyak kelapa sawit; (c) minyak kelapa sawit siap digunakan.	41
17. Alat uji transesterifikasi	41
18. Bagian produk transesterifikasi.....	42
19. Produk transesterifikasi; (a) minyak awal; (b) biodiesel; (c) minyak sisa.....	42
20. Pengaruh suhu kalsinasi katalis CaO/SiO ₂ 1:5 terhadap % konversi produk transesterifikasi minyak kelapa sawit.	43

21. Pengaruh volume metanol terhadap % konversi produk transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis CaO/SiO ₂ suhu kalsinasi 800 °C.	44
22. Pengaruh jumlah katalis CaO/SiO ₂ 1:5 terhadap % konversi produk transesterifikasi minyak kelapa sawit.	45
23. Pengaruh waktu reaksi terhadap % konversi produk transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan katalis CaO/SiO ₂ dengan suhu kalsinasi 800 °C.	46
24. Kromatogram produk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol menggunakan katalis CaO/SiO ₂ kalsinasi 800 °C.	48
25. Karakterisasi XRF katalis CaO/SiO ₂	58
26. Karakterisasi XRD CaO ₃ Si fase Wollastonite 2M.....	59
27. Karakterisasi XRD SiO ₂ fase Cristobalite.....	59
28. Karakterisasi XRD CaO fase Lime	60
29. Data MS puncak 1; (1) Biodiesel minyak kelapa sawit dan (2) Standar.	63
30. Data MS puncak 2; (1) Biodiesel minyak kelapa sawit dan (2) Standar	63

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi asam lemak pada minyak kelapa sawit (Hasibuan, 2012)	18
2. Persen Kristalinitas dan amorf katalis CaO/SiO ₂ pada variasi suhu katalis	34
3. Fase pembentuk katalis CaO/SiO ₂	35
4. Jenis senyawa penyusun produk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol menggunakan katalis CaO/SiO ₂ kalsinasi suhu 800 °C.....	48
5. Perhitungan konversi biodiesel pengaruh suhu kalsinasi katalis CaO/SiO ₂	61
6. Perhitungan konversi biodiesel pengaruh nisbah minyak dengan metanol	62
7. Perhitungan konversi biodiesel pengaruh jumlah katalis.....	62
8. Perhitungan konversi biodiesel pengaruh waktu reaksi	62

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan bakar minyak bumi masih dijadikan kebutuhan utama masyarakat dalam sektor energi hingga saat ini, seiring menurunnya cadangan minyak bumi dan meningkatnya konsumsi energi dunia. Menurut data BPPT *Indonesia Energy Outlook* tahun 2019, pada 10 tahun terakhir produksi minyak bumi menunjukkan penurunan data yang cukup signifikan, pada tahun 2019 terdapat 346 juta barel (949 ribu bph) dan pada tahun 2018 turun menjadi sekitar 283 juta barel (778 ribu bph). Penurunan produksi minyak bumi dikarenakan sumur-sumur produksi utama minyak bumi yang umumnya sudah tua, sementara produksi sumur yang baru relatif terbatas sehingga untuk memenuhi kebutuhan kilang, Indonesia melakukan kegiatan impor minyak bumi terutama dari negara-negara di Timur Tengah. Menurut data ketergantungan pada impor minyak bumi mencapai 35 %, hal itu dikarenakan peningkatan jumlah penduduk berbanding lurus dengan bertambahnya penggunaan kendaraan bermotor dan perkembangan kegiatan pada bidang industri mengakibatkan konsumsi bahan bakar berbasis minyak bumi bertambah. Alasan digunakannya bahan bakar minyak bumi harus dikurangi karena harga yang terus melambung, masalah kerusakan lingkungan, mendorong para peneliti melakukan penelitian mencari sumber energi alternatif yang bersifat ramah lingkungan dan *renewable*. Energi alternatif yang potensial dikembangkan menggantikan bahan bakar minyak bumi diantaranya biofuel, bioetanol dan biodiesel.

Di Indonesia, bahan bakar alternatif biodiesel memiliki peluang besar menjadi komoditas unggulan. Energi alternatif terbarukan yang dapat digunakan langsung atau sebagai campuran bahan bakar mesin diesel, diperoleh dengan mereaksikan asam lemak dari minyak dan alkohol melalui proses transesterifikasi

menggunakan bantuan katalis merupakan pengertian biodiesel. Keuntungan penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar antara lain dapat terurai secara alamiah, dapat diperbaharui, dan ramah lingkungan dalam artian bahwa biodiesel tidak mengandung sulfur yang bersifat karsinogenik (Sisca *et al.*, 2021), jumlah CO₂ yang diperoleh pada pembakaran lebih rendah dibandingkan dengan bahan bakar minyak bumi/fosil, bersifat *biodegradable*, tidak mengandung unsur berbahaya seperti Pb (Koh and Ghazi, 2011), emisi gas buangnya lebih sedikit dibandingkan dari bahan bakar minyak bumi/fosil, dan memiliki hasil pelumasan yang baik sehingga dapat memperpanjang masa mesin (Aziz *et al.*, 2011). Bahan baku utama yang digunakan untuk produksi biodiesel melalui proses transesterifikasi antara lain minyak kelapa (Pandiangan and Simanjuntak, 2013), minyak biji karet (Pandiangan *et al.*, 2021), minyak ketapang (Pratiwi, 2015), minyak biji jarak kaliki (Pandiangan *et al.*, 2021), minyak kelapa sawit (Pandiangan *et al.*, 2016) dan jenis minyak lainnya. Reaksi transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol berlangsung lambat sehingga memerlukan katalis untuk mempercepat pemutusan ikatan rangkap yang ada di trigliserida oleh senyawa alkohol menghasilkan gliserol dan metil ester (Nourredine, 2010).

Katalis diartikan sebagai substansi yang berfungsi agar energi aktivasi pada reaksi dapat menurun sehingga laju reaksi meningkat. Penurunan energi aktivasi ini disebabkan reaksi tersebut menempuh jalan lain yaitu katalis akan bereaksi lebih dahulu dengan reaktan sebelum berinteraksi dengan reaktan lainnya. Energi aktivasi merupakan energi minimum yang dibutuhkan oleh campuran reaktan untuk menghasilkan suatu produk menurut (Chang, 2010). Katalis yang berada pada fase yang sama dengan reaktan disebut sebagai katalis homogen, sedangkan katalis yang berada pada fase yang berbeda dengan reaksinya (dapat berupa padatan, cairan yang tidak dapat bercampur ataupun gas) disebut sebagai katalis heterogen (Helwani *et al.*, 2009). Pada penelitian ini akan menggunakan katalis heterogen karena memiliki kestabilan termal yang tinggi agar mudah digunakan untuk reaksi hingga suhu tinggi, katalis mudah diregenerasi dan mudah dipisahkan dari campuran reaksi karena produk dan reaktan memiliki fase yang berbeda dengan katalis (Pandiangan and Simanjuntak, 2013).

Beberapa jenis katalis heterogen yang telah dilaporkan pada reaksi transesterifikasi adalah logam, oksida logam (Foroutan *et al.*, 2020), dan oksida berpenyangga (Pandiangan *et al.*, 2021). Salah satu jenis oksida logam alkali tanah yang dikembangkan sebagai katalis transesterifikasi adalah CaO dengan keutamaannya yakni sumber bahan bakunya melimpah dan berharga ekonomis (Ketcong *et al.*, 2014). CaO dapat dipreparasi dari dolomit rock, batu kapur atau sumber alami lainnya. Pada penelitian ini digunakan CaO yang dipreparasi dari batu kapur karena tidak mahal, kelarutannya rendah dalam metanol, dan tidak toksik (Sharma *et al.*, 2011). Berdasarkan hasil yang dilakukan oleh peneliti (Moradi *et al.*, 2014) menunjukkan bahwa nilai maksimum konversi biodiesel dihasilkan hingga 98,50 % dengan katalis sisi aktif (dopan) CaO dengan berpenyangga SiO₂ sekam padi pada transesterifikasi minyak jagung.

Berdasarkan uraian yang dipaparkan, pada penelitian ini akan disintesis katalis CaO/SiO₂ dengan metode sol gel menggunakan batu kapur sebagai sumber CaO dan SiO₂ yang diekstraksi dari sekam padi (Pandiangan *et al.*, 2016). Sumber bahan baku CaO berasal dari batu kapur 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 (Banurea *et al.*, 2021; Ho *et al.*, 2014; Ketcong *et al.*, 2014). Salah satu faktor yang mempengaruhi keberhasilan sintesis katalis heterogen adalah komposisi oksida logam terhadap penyangga (Mohadesi *et al.*, 2014) yakni jenis material berpori seperti silika, zeolit, dan alumina (Pandiangan *et al.*, 2021; Syani, 2014). Pada penelitian, silika digunakan sebagai penyangga untuk sintesis CaO/SiO₂. Silika diekstraksi dari sekam padi yang jumlah sangat melimpah, khususnya di Provinsi Lampung, menurut Badan Pusat Statistik (BPS) jumlah hasil produksi padi di Lampung sebanyak 2,65 ton pada tahun 2020. (Pandiangan *et al.*, 2021) melaporkan silika yang diekstraksi memiliki kemurnian 97,86%.

Menurut (Pandiangan *et al.*, 2019) silika mudah diekstraksi menggunakan larutan alkalis salah satunya larutan NaOH dengan metode sol gel. Silika memiliki struktur bersifat amorf. Kelebihan dilakukan dengan metode sol gel untuk preparasi katalis heterogen antara lain derajat dan kemurnian produk akhir

homogenitas yang tinggi, suhu perlakuan rendah, mudah perlakuannya, sangat tepat untuk sintesis material yang memerlukan kontrol bentuk, ukuran, serta komposisi oksida logam (Singh *et al.*, 2011, Siswanto *et al.*, 2021). Pada penelitian ini sintesis CaO/SiO₂ dilakukan dengan komposisi tetap, yaitu 1:5. Selanjutnya katalis hasil sintesis dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF)*, *Fourier Transform Red Spectroscopy (FTIR)*, dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

Selanjutnya CaO/SiO₂ digunakan sebagai katalis hasil sintesis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol. Sebagai salah satu negara yang tanahnya subur, Indonesia berpotensi sangat besar dalam peran industri kelapa sawit. Pada setiap tahun Indonesia mengalami peningkatan dalam memproduksi minyak kelapa sawit. Menurut data Badan Pusat Statistik (BPS), produksi perkebunan kelapa sawit di Indonesia cenderung naik selama lima tahun terakhir. Produksi minyak kelapa sawit mencapai 48,42 juta ton pada tahun 2019 dan meningkat 12,92 % dari tahun sebelumnya yaitu tahun 2018 sebesar 42,88 juta ton. Parameter yang dapat mempengaruhi reaksi transesterifikasi antara lain jenis katalis, jenis alkohol, nisbah minyak:alkohol, jumlah katalis, waktu reaksi, suhu reaksi, dan kandungan asam lemak bebas dalam bahan baku (Pandiangan *et al.*, 2017, Wijaya, 2017, Roy *et al.*, 2020). Variabel kinetis yang dipelajari pada penelitian adalah adanya pengaruh nisbah minyak metanol, jumlah katalis, dan waktu reaksi terhadap efektivitas reaksi transesterifikasi sintesis katalis CaO/SiO₂. Produk hasil transesterifikasi dikarakterisasi dengan *Gas Chromatography – Mass Spectrophotometry (GC-MS)*.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Mensintesis katalis CaO/SiO₂ berbasis silika sekam padi menggunakan metode sol gel.
2. Mengkarakterisasi katalis CaO/SiO₂ yang memiliki aktivitas terbaik dengan analisis XRD, XRF, FTIR, dan SEM.

3. Mempelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap aktivitas katalis CaO/SiO_2 pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.
4. Mengkaji variabel kinetis yang memengaruhi efektivitas transesterifikasi meliputi nisbah minyak metanol, jumlah katalis, dan waktu reaksi.
5. Menganalisis produk transesterifikasi menggunakan GC-MS.

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Meningkatkan daya guna silika sekam padi dan batu kapur sebagai bahan baku pembuatan katalis.
2. Memberikan informasi tentang pembuatan katalis CaO/SiO_2 berbahan batu kapur dan silika sekam padi.

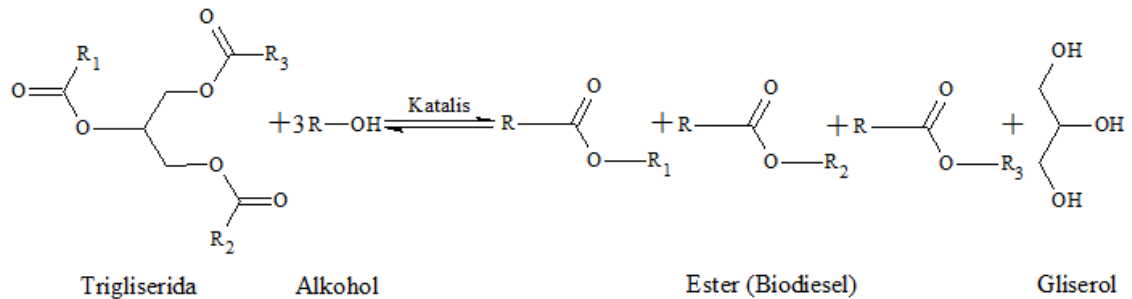
II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar yang memiliki komposisi dari campuran mono-alkil ester dari rantai panjang asam lemak, yang digunakan sebagai alternatif bagi bahan bakar mesin diesel dan terbuat dari sumber terbarui seperti minyak nabati (Nurfadillah, 2011). Trigliserida minyak nabati memiliki kandungan 90 - 98% dan sejumlah kecil monogliserida dan digliserida. Trigliserida merupakan ester dari tiga asam lemak rantai panjang dan terikat pada satu gugus gliserol. Minyak nabati biasanya memiliki lima jenis asam lemak yaitu asam stearat, asam palmitat, asam oleat, asam linoleat dan asam linolenat. Asam stearat dan asam palmitat merupakan jenis asam lemak jenuh sedangkan asam oleat, asam linoleat, asam linolenat merupakan jenis asam lemak tak jenuh dan jika asam lemak terlepas dari trigliseridanya maka akan menjadi lemak asam bebas (Tim Departemen Teknologi Pertanian, 2005).

Biodiesel dihasilkan dari reaksi transesterifikasi trigliserida (minyak) dengan alkohol ringan menggunakan katalis basa. Alkohol yang digunakan umumnya adalah metanol atau etanol, sedangkan katalis yang digunakan adalah KOH, NaOH atau senyawa basa lain (Widianto dan Utomo, 2010). Biodiesel memiliki beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan petrodiesel yaitu berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui, biodiesel memiliki kandungan aromatik dan sulfur yang rendah (Sisca *et al.*, 2021). Selain itu, biodiesel lebih ramah lingkungan, bersifat biodegradable, dan tidak beracun. Gas buang berupa hidrokarbon dan karbon monoksida dari biodiesel cenderung lebih rendah dibandingkan dengan solar, transesterifikasi merupakan proses perubahan trigliserida menjadi ester yang lebih sederhana dengan menggunakan alkohol,

terutama metanol, serta dibantu oleh adanya katalis. Produk yang dihasilkan dari proses transesterifikasi berupa biodiesel dan gliserol sebagai produk samping (Aziz *et al.*, 2011). Reaksi transesterifikasi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi transesterifikasi

Pada reaksi transesterifikasi katalis digunakan untuk meningkatkan laju reaksi dan juga menurunkan energi aktivasi. Kemudian penggunaan alkohol yang umum digunakan dalam reaksi transesterifikasi yaitu metanol dan etanol. Penggunaan metanol lebih baik karena lebih ekonomis dan memiliki sifat fisik dan kimia yang menguntungkan yaitu senyawa polar dan alkohol rantai pendek. Selain itu, metanol juga bisa bereaksi dengan trigliserida dengan cepat. Pada penggunaan metanol ini terdapat beberapa resiko yang harus diketahui, seperti ledakan karena metanol memiliki titik didih yang rendah dan karenanya harus dilakukan dengan hati-hati selama proses produksi biodiesel. Reaksi transesterifikasi dimulai dengan minyak, alkohol dan katalis dicampur dan diaduk dalam bejana reaksi baik dalam labu kecil skala laboratorium atau skala yang lebih besar. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015, beberapa sifat-sifat penting yang digunakan sebagai standar kelayakan biodiesel pada penelitian ini adalah: viskositas, densitas, titik nyala, dan kadar air.

2.2 Katalis

Katalis merupakan zat yang dapat mempercepat laju reaksi kimia tanpa mengalami suatu perubahan. Katalis meningkatkan laju reaksi menurunkan energi aktivasi menuju yang diinginkan produk tanpa dikonsumsi sendiri. Katalis memiliki peranan pada suatu reaksi kimia tetapi bukan sebagai pereaksi. Katalis

tersusun dari berbagai bahan kimia yang berpartisipasi meng adsorpsi reaktan ke situs aktifnya, menghasilkan produk yang dengan cepat menghilangkan situs tersebut untuk siklus katalitik berikutnya (Farrauto and Capture, 2017). Dalam industri kimia penggunaan katalis sangat diperlukan karena dapat mendukung berlangsungnya makhluk hidup. Kebanyakan industri mengurangi biaya energi dengan memanfaatkan bahan kimia untuk pembuatan katalis sehingga menghasilkan produk katalis mampu bereaksi sehingga dapat menghasilkan intermediet dengan reaktan yang ditemukan lagi dalam langkah selanjutnya (Chang, 2010). Katalis juga merupakan bahan yang dapat dimanfaatkan dalam memulai suatu reaksi dengan bahan yang lain. Dalam pemilihan suatu katalis tergantung dari jenis asam yang terkandung dalam suatu sampel (Wijaya, 2017).

Keberlangsungan suatu reaksi membutuhkan katalis untuk mengurangi energi yang diperlukan (Pandiangan *et al.*, 2017). Katalis dapat memperbaiki kualitas dan kuantitas produk buangnya serta bisa menurunkan waktu reaksi inisiasinya, dalam waktu tertentu penggunaan katalis dapat mengakibatkan penurunan aktivitas karena mengalami deaktivasi. Adanya deaktivasi ini diakibatkan karena adanya suatu pengotor. Karakteristik katalis dapat dipengaruhi oleh aktivitas dan selektivitas dari katalis itu sendiri. Ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam pemanfaatan katalis yaitu, aktivitas, selektivitas, waktu pakai dan kemudahan diregenerasi (Koh and Ghazi, 2011). Katalis dibagi menjadi dua kelompok besar, yakni katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fase sama antara produk dengan reaktan, sehingga reaksi berlangsung dalam keseluruhan sistem karena dapat bercampur rata, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase berbeda antara reaktan dan produk, sehingga dapat dipisahkan dengan mudah.

2.2.1 Katalis Homogen

Katalis homogen adalah suatu katalis yang reaktan dan katalis berada dalam fase yang sama (Sharma *et al.*, 2011). Katalis homogen memiliki beberapa kekurangan

diantaranya tidak dapat didaur ulang, tidak ramah lingkungan, bersifat korosif, dapat merusak mata, kulit, hingga paru-paru, mencemari lingkungan dan sulit dipisahkan dari produk serta tidak dapat kembali digunakan sebagai katalis. produk yang dihasilkan masih mengandung katalis sehingga perlu dilakukan pemisahan lebih lanjut (Endalew *et al.*, 2011). Beberapa contoh katalis homogen yang digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah KOH (Ogunkunle *et al.*, 2017), NaOH (Hiwot, 2018), H₂SO₄, serta HCl (Jyoti *et al.*, 2018).

2.2.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase yang tidak sama dengan reaktan dan produk. Katalis heterogen ada pada fase padat sedangkan reaktan ada pada fase cair. Keunggulan menggunakan katalis heterogen dibandingkan katalis homogen antara lain mempunyai aktivitas tinggi, tidak korosif, ramah lingkungan, biaya pembuatannya murah (Pandiangan and Simanjuntak, 2013), efisiensinya yang tinggi, mudah digunakan dalam berbagai media, mudah memisahkan katalis dari campuran reaksi dan penggunaan ulang katalis. Katalis heterogen terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu situs aktif (dopan) dan penyangga. Situs aktif ini berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi dan juga mengarahkan reaksi ke arah produk yang diinginkan, sedangkan penyangga merupakan zat umum berpori yang berfungsi sebagai wadah atau tempat untuk distribusi situs aktif sehingga katalis mempunyai luas permukaan yang lebih besar. Untuk mendukung efektivitas dari katalis heterogen di dalam sebuah reaksi, beberapa bahan sering digunakan sebagai penyangga katalis tersebut seperti alumina aktif, zeolit, dan silika (Pandiangan *et.al.*, 2021; Syani, 2014).

2.2.3 Sintesis Katalis CaO Berpenyangga Silika Sekam Padi

Penggunaan oksida logam alkali tanah CaO memiliki keunggulan sifat basa yang tinggi. Selain sifat basa, CaO merupakan bahan katalis yang sangat menarik

karena ketersediaan bahan baku pembuatannya di alam, misalnya batu kapur (Ketcong *et al.*, 2014), dan beberapa bagian hewan, diantaranya cangkang telur (Jazie *et al.*, 2013) dan cangkang bekicot (Kurniawan *et al.*, 2019). Meskipun sangat efektif sebagai katalis, CaO memiliki kelemahan, yakni terjadinya pelarutan Ca sehingga mengakibatkan penyabunan. Untuk itu, cara yang umum ditempuh adalah dengan menopangkan CaO pada suatu penyangga yang akan mengikat CaO. Penyangga dimaksudkan untuk meningkatkan luas permukaan katalis, agar situs aktif logam dapat terdispersi dengan memadai sehingga mendapatkan aktivitas maksimum (Ketcong *et al.*, 2014). Penggunaan logam alkali tanah (CaO) berpendukung bahan berpori untuk reaksi transesterifikasi telah banyak dilaporkan antara lain MgO/SiO₂ (Mohadesi *et al.*, 2014), Fe/SiO₂ (Lu *et al.*, 2020), Ni/SiO₂ (Ye *et al.*, 2021), dan CaO/SiO₂ (Pandiangan *et al.*, 2019). Beberapa sistem katalis heterogen yang sudah dikembangkan, katalis bersitus logam alkali tanah mendapat perhatian yang lebih besar karena oksida logam alkali tanah diketahui memiliki sifat basa yang kuat, sehingga dapat menggantikan katalis basa homogen. Berdasarkan hal tersebut, dalam penelitian ini disintesis katalis CaO/SiO₂ dengan metode sol gel, yang mana sumber CaO digunakan CaCO₃ dan silika berasal dari hasil ekstraksi sekam padi.

Berbagai jenis katalis heterogen, katalis berpenyangga silika termasuk jenis yang paling luas digunakan. Pemanfaatan ini didukung dengan sifat silika yaitu senyawa amorf dan berpori, sehingga mampu berperan sebagai adsorben yang efektif, baik untuk ditempati oleh situs aktif maupun reaktan dalam reaksi. Selain silika, mineral dan silika sintesis (TEOS dan TMOS) jenis silika yang potensial digunakan adalah silika nabati, yang diperoleh pada beberapa jenis tanaman yang salah satunya adalah silika hasil ekstraksi sekam padi. Dewasa ini, silika sekam padi terus mendapat perhatian karena beberapa alasan. Secara kimiawi, silika hasil ekstraksi sekam padi memiliki kemurnian dan homogenitas yang tinggi, serta bersifat amorf dan berpori sehingga sesuai sebagai penyangga. Silika hasil ekstraksi sekam padi diketahui memiliki kelarutan yang tinggi dalam alkali, sehingga mudah diekstraksi misalnya dengan NaOH dan KOH (Taufiq-Yap *et al.*, 2011). Faktor pendukung lainnya adalah ketersediaan silika hasil ekstraksi sekam padi, karena sekam padi merupakan limbah pertanian yang jumlahnya melimpah

dan diperbaharui secara terus-menerus. Silika diekstraksi dari sekam padi yang jumlah sangat melimpah, khususnya di Provinsi Lampung, menurut Badan Pusat Statistik (BPS) jumlah hasil produksi padi di Lampung sebanyak 2,65 ton pada tahun 2020. (Pandiangan *et al.*, 2021) melaporkan silika yang diekstraksi memiliki kemurnian 97,86%.

Berdasarkan literatur diketahui bahwa katalis heterogen berpendukung silika yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi umumnya dipreparasi dengan metode sol gel (Mohadesi *et al.*, 2014; Pandiangan and Simanjuntak, 2013). Pada penelitian ini sintesis katalis CaO berpenyangga silika sekam padi dilakukan dengan metode sol gel. Proses sol gel melibatkan hidrolisis terkontrol dan kondensasi prekursor yang dapat larut untuk membentuk sol, suatu suspensi homogen dari partikel oksida padat mikroskopik dalam cairan. Selanjutnya partikel sol dapat berkembang dan berkondensasi untuk membentuk polimer jaringan hingga terbentuk gel yang mengandung partikel yang terperangkap dalam pelarut. Metode pengeringan kemudian menentukan sifat produk akhir gel. Pengeringan dapat dilakukan dengan cara pemanasan untuk menghilangkan molekul pelarut yang terperangkap atau pengeringan dengan superkritis (Taufiq-Yap *et al.*, 2011). Tahapan yang terjadi pada proses sol gel melibatkan konversi prekursor molekul terlarut, polikondensasi molekul prekursor yang teraktivasi menjadi bentuk koloidal atau sol, pembentukan gel, penuaan, pencucian dan pengeringan/stabilisasi. Kestabilan dan reaktivitas katalis hasil sol gel tergantung pada pH larutan, aditif, pelarut, suhu, waktu pembentukan gel, logam prekursor, teknik pengeringan dan kalsinasi (Moradi *et al.*, 2014).

Kelebihan penggunaan metode sol gel untuk preparasi katalis heterogen antara lain adalah kemurnian produk akhir dan derajat homogenitasnya tinggi, mudah dilakukan, suhu perlakuan rendah, memungkinkan mensintesis material dengan dispersi yang baik, sangat cocok untuk sintesis material yang memerlukan kontrol bentuk, ukuran, dan komposisi oksida logam (Singh *et al.*, 2011, Siswanto *et al.*, 2021). Desain katalis pada penelitian ini menggunakan silika hasil ekstraksi dari sekam padi (Pandiangan *et al.*, 2019) dengan prekursor oksida logam alkali tanah (CaO) baik sebagai oksida tunggal (Taufiq-yap *et al.*, 2011) tertentu

menggunakan metode sol gel. Penggabungan oksida ini dimaksudkan untuk meningkatkan kebasaaan dan sifat katalis lainnya agar diperoleh aktivitas dan stabilitas katalis yang tinggi (Endalew *et al.*, 2011). Sebagai sumber CaO adalah batu kapur yang berasal dari Halaban Payakumbuh, Sumatera Barat dan diketahui memiliki kandungan Ca 98 % (Pandiangan *et al.*, 2019) sehingga layak digunakan sebagai sumber CaO. Aktivitas katalis bergantung tipe pendukung, metode preparasi dan suhu kalsinasi. Oleh karena itu masing-masing katalis yang dibuat dengan tipe pendukung dan metode preparasi yang sama perbandingan massa CaO/SiO₂, maka dilakukan kalsinasi pada suhu yang bervariasi. Selanjutnya aktivitas masing masing katalis berpendukung silika sekam padi ini diuji dalam reaksi transesterifikasi minyak nabati pangan yakni minyak kelapa sawit.

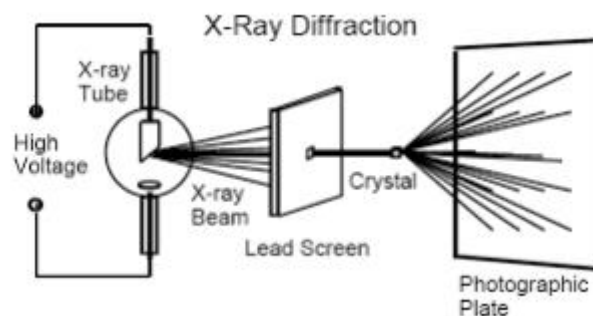
2.3 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi merupakan aspek yang sangat penting untuk mendukung data kelengkapan sifat-sifat katalis hasil sintesis Beberapa karakterisasi yang umum dilakukan pada katalis heterogen adalah analisis struktur dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform InfraRed (FTIR)* digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa organik dan anorganik, untuk menganalisis kandungan komposisi unsur penyusun pada materi menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*, dan morfologi permukaan dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

2.3.1 *X-ray Diffraction (XRD)*

Penggunaan analisis XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fase dengan menentukan sifat kristal atau kristalinitas membuat. Analisis menggunakan XRD merupakan yang efektif untuk mengetahui sifat kristal (Leofanti, *et al.*, 1997). Analisis XRD memiliki prinsip sinar-X dipantulkan oleh kristal kemudian diterima oleh detektor. Kristal yang dikenai oleh sinar-X akan menghasilkan

spektrum pantulan yang spesifik dan berhubungan dengan kisi kristal tersebut. Difraksi tersebut akan menghasilkan pola yang didasarkan oleh intensitas peak yang menyatakan tempat parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ (2 theta) dimana θ (theta) menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg (Richardson, 1989). Pada persamaan interpretasi Hukum Bragg dilakukan berdasarkan asumsi bahwa permukaan dari sisi mana sinar X dipantulkan adalah datar, dapat dilihat pada Gambar 2 (Richardson, 1989).



Gambar 2. Skema alat XRD

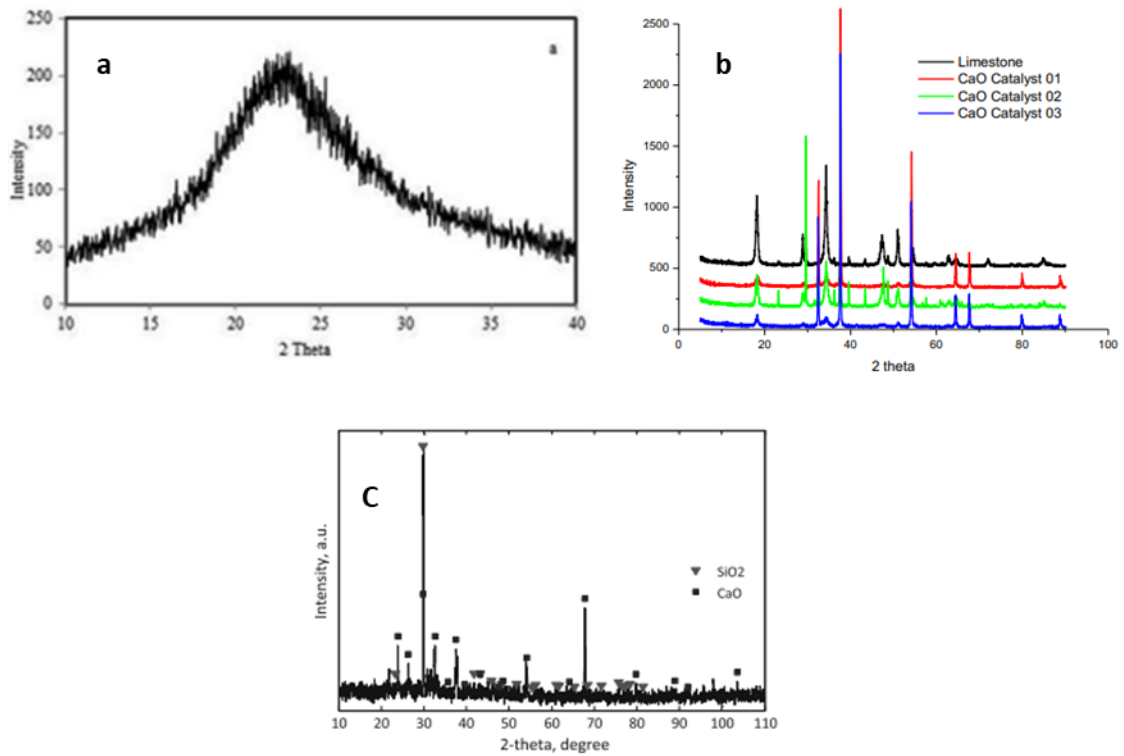
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Jarak antar lapisan atom dinyatakan dengan d , panjang gelombang dari radiasi sinar-X dinyatakan dengan simbol λ dan n untuk urutan pantulan. Analisis XRD dapat menentukan sifat kristalinitas melalui perbandingan intensitas peak dari sampel dengan intensitas peak standar yang ditunjukkan pada Persamaan 1.

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{Intensitas peak hkl sampel}}{\text{Intensitas peak hkl standar}} \times 100\% \quad (1)$$

Terkait dengan penelitian ini, menunjukkan bahwa CaO merupakan kristal berbentuk kubus dan pada suhu tunggu fase kalsit CaCO₃, dan Ca(OH)₂ dapat berubah menjadi CaO. Selain itu juga terdapat pola kristal besar di permukaan pendukung silika mesopori, sedangkan Mohadesi *et al* (2014) menunjukkan keberadaan CaO dengan munculnya puncak pada $2\theta = 23,99^\circ; 29,78^\circ; 32,67^\circ; 37,62^\circ; \text{ dan } 67,80^\circ$ dan SiO₂, sebagai pendukung CaO muncul pada $2\theta = 23,37^\circ; 29,81^\circ; 41,79^\circ; \text{ dan } 43,29^\circ$ dan untuk SiO₂ muncul pada $2\theta = 35,25^\circ; 36,53^\circ; 42,88^\circ; 52,18^\circ; 53,14^\circ; 62,27^\circ; \text{ dan } 78,30^\circ$. Pada literatur lain (Taufiq yap *et al.*, 2011) $20-32,20^\circ; 37,30^\circ \text{ dan } 53,80^\circ$ menunjukkan puncak untuk CaO (JCPDS File

No 37- 1497). Hasil karakterisasi untuk CaO (Widayat *et al.*, 2017), SiO₂ Simanjuntak *et al.*, 2016), dan CaO/SiO₂ Moradi *et al.*, 2014) dapat dilihat pada Gambar 3.

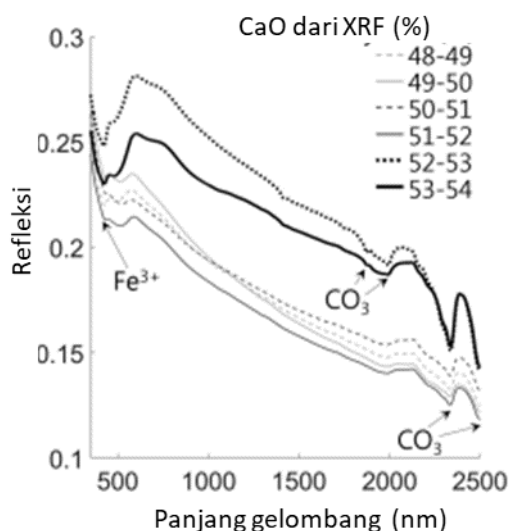


Gambar 3. Difraktogram; (a) SiO₂ hasil ekstraksi sekam padi; (b) CaO dari batu kapur; dan (c) CaO/SiO₂.

2.3.2 X-ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) mengidentifikasi unsur-unsur dalam katalis yang diperoleh secara kuantitatif dan kualitatif yang diperlukan untuk mengetahui kualitas material katalis yang telah diperoleh. Prinsip kerja metode XRF terjadi berdasarkan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X. Analisis XRF dapat digunakan dalam penentuan konsentrasi unsur berdasarkan pada panjang gelombang dan jumlah sinar-X yang kembali dipancarkan setelah semua material ditembak dengan sinar-X yang memiliki energi tinggi. Prinsip kerja XRF adalah dengan memanfaatkan sinar-X dari tabung pembangkit sinar-X yang difungsikan untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam supaya menghasilkan sinar-X baru

dari sampel yang dianalisis. Analisis XRF dilakukan berdasarkan identifikasi karakteristik sinar-X yang terjadi karena efek fotolistrik. Spektrometri XRF memanfaatkan elektron dengan energi tinggi (Kriswarini *et al.*, 2010). Pada penelitian (Pandiangan *et al.*, 2021) karakterisasi XRF dari SiO₂ hasil ekstraksi sekam padi didapatkan 97.86 %. Hasil karakterisasi untuk CaO (Oh *et al.*, 2017) dapat dilihat pada Gambar 4.

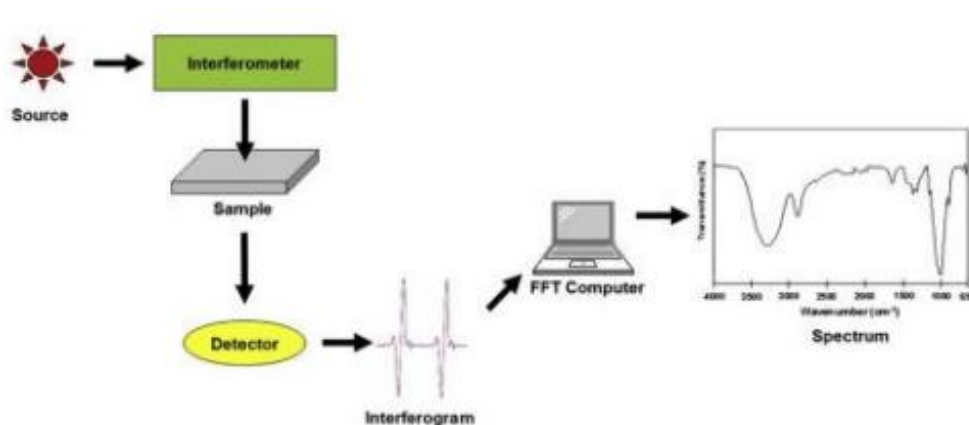


Gambar 4. Spektra hasil karakterisasi XRF pada CaO.

2.3.3 *Fourier Transform InfraRed* (FTIR)

Fourier Transform Infrared (FTIR) adalah metode analisis material secara kuantitatif maupun kualitatif, analisis kualitatif meliputi analisis gugus fungsi (adanya puncak serapan dari gugus fungsi spesifik) beserta polanya dan analisis kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu. Spektroskopi infra merah berguna untuk mengetahui gugus fungsi senyawa dengan menggunakan radiasi sinar infra merah. Spektroskopi IR bekerja pada bilangan gelombang 4.000-400 cm⁻¹. Bila suatu senyawa diradiasi menggunakan sinar merah, maka Sebagian sinar akan diserap oleh senyawa, sedangkan yang lainnya akan diteruskan. Serapan ini terjadi karena molekul senyawa organik mempunyai ikatan yang dapat bervariasi.

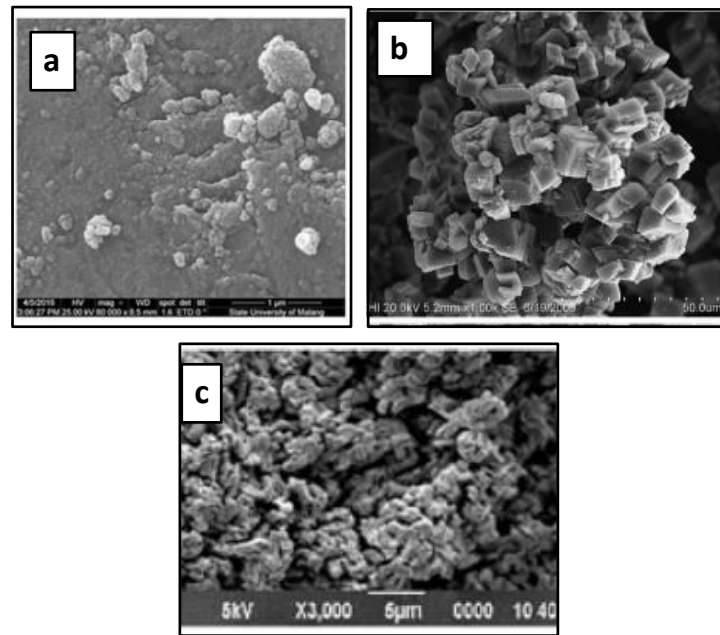
Beberapa pola spektrum FTIR yang berkaitan dengan katalis hasil sintesis pada penelitian ini antara lain adalah pola spektrum FTIR CaO berpendukung silika silika sekam padi lebih didominasi oleh vibrasi asimetrik Si-O-Si ditandai dengan adanya pita serapan antara 900 dan 1.358 cm^{-1} dan pada 798 cm^{-1} (Lani *et al.*, 2017). Pada Gambar 5 menunjukkan hasil proses pengujian instrumen.



Gambar 5. Proses pengujian menggunakan instrumen FTIR

2.3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel melalui proses scan dengan menggunakan pancaran energi yang tinggi dari elektron dalam pola scan. SEM merupakan alat yang digunakan untuk melihat topografi secara keseluruhan. Elektron diemisikan yang kemudian menghasilkan gambar pada tabung sinar katoda. Perbesaran dilakukan resolusi sebesar 5 nm . Elektron berinteraksi dengan atom-atom yang memproduksi sampel sehingga menghasilkan sinyal dan memberikan informasi permukaan sampel. Pada dasarnya electron memiliki resolusi yang lebih tinggi dibandingkan dengan cahaya. Resolusi dari cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi $0,1 - 0,2\text{ nm}$ (Nasikin and Makhdiyanti, 2003). Mikrograf silika yang diekstraksi dari sekam padi (Simanjuntak *et al.*, 2016), CaO dari batu kapur (Taufiq-Yap *et al.*, 2011) dan CaO/ SiO₂ (Lani *et al.*, 2017) ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Analisis SEM; (a) silika hasil ekstraksi sekam padi; (b) CaO; dan (c) CaO/SiO₂

2.4 Minyak Kelapa Sawit

Berdasarkan *Integrated Taxonomic Information System* (ITIS) data base tahun 2011, tanaman kelapa sawit diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom : Plantae
 Subkingdom : Viridiplantae
 Infrakingdom : Streptophyta
 Super Division : Embryophyte
 Division : Tracheophyte
 Subdivision : Spermatophytina
 Class : Magnoliopsida
 Order : Arecales
 Family : Arecaceae
 Genus : *Elaeis jacq*
 Species : *Elaeis guineensis jacq*

Tanaman kelapa sawit (*Elaeis guineensis jacq*) adalah tanaman yang hidup di daerah tropis dan juga subtropis serta dapat tumbuh pada ketinggian 1 – 500 meter di atas permukaan laut dengan suhu udara sekitar 24 – 28 °C dan tingkat kelembaban yang tinggi mencapai 80 – 90 %.

Kelapa sawit salah satu jenis dari minyak nabati yang keberadaannya di alam sangat banyak terutama di Indonesia. Minyak kelapa sawit digunakan sebagai bahan baku industri farmasi, minyak goreng, margarin, sabun dan kosmetik. Kegunaan yang sangat banyak karena minyak kelapa sawit memiliki kelebihan sifat yang dimilikinya yakni tahan oksidasi dengan tekanan tinggi, mampu melarutkan bahan kimia yang tidak larut oleh pelarut lainnya, mempunyai daya melapis yang tinggi dan tidak menimbulkan iritasi pada tubuh dalam bidang kosmetik. Hasibuan (2012) menjelaskan komponen minyak kelapa sawit terdiri dari beberapa asam lemak bebas diantaranya adalah asam palmitat, stearat, oleat dan lainnya. Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi asam lemak pada minyak kelapa sawit (Hasibuan, 2012)

Asam Lemak	Presentase (%)
Asam laurat (C _{12:0})	0,01-0,38
Asam linolenat (C _{18:3})	0,1-0,34
Asam miristat (C _{14:0})	0,79-1,45
Asam stearat (C _{18:0})	3,40-5,47
Asam linoleat (C _{18:2})	9,08-11,23
Asam oleat (C _{18:1})	34,85-40,78
Asam palmitat (C _{16:0})	42,05-48,93

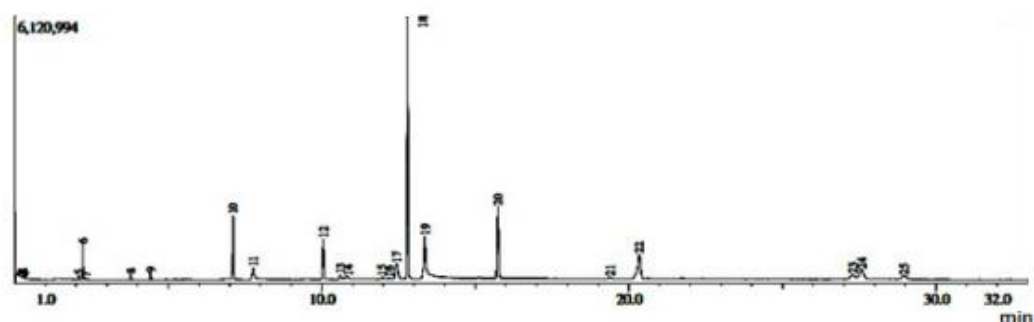
2.5 Karakterisasi Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Nabati

Produk reaksi transesterifikasi minyak nabati menggunakan katalis merupakan campuran etil atau metil ester tergantung pada jenis alkohol yang digunakan. Walaupun campuran ester (biodiesel) mengandung banyak jenis tetapi terdapat beberapa jenis ester yang utama tergantung pada kandungan FFA yang ada dalam minyak nabati (Hoekman *et al.*, 2012). Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi umumnya dikarakterisasi untuk melihat komposisi biodiesel yang diperoleh dengan analisis menggunakan *Gas Chromatography - Mass Spectrometry* (GC-MS).

2.5.1 Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC-MS)

Gas Chromatography (GC) merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya. Teknik GC akan memisahkan komponen suatu campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen dalam fase diam yang dibawa oleh fase gerak. Perbedaan kecepatan migrasi dikarenakan adanya perbedaan interaksi antara senyawa-senyawa kimia tersebut (di dalam campuran) dengan fase diam dan fase geraknya. Oleh karena itu GC dapat dimanfaatkan untuk mengidentifikasi senyawa yang berada pada campuran gas dan dapat digunakan untuk menentukan konsentrasinya.

Publikasi tentang penggunaan teknik GC atau GC-MS untuk karakterisasi biodiesel telah dilakukan antara lain oleh Naureen *et al.* (2014), senyawa kimia penyusun biodiesel dari minyak bunga matahari campuran metil ester yang terdiri dari tujuh jenis senyawa jenuh, tiga senyawa dengan satu ikatan rangkap dan satu senyawa dengan dua ikatan rangkap. Tariq *et al.* (2011) mengidentifikasi biodiesel dan minyak biji rocket yang terdiri dari 5 jenis FAME jenuh dan enam jenis FAME tidak jenuh. Pandiangan and Simanjuntak (2013) telah mengidentifikasi adanya campuran metil ester dalam biodiesel dari minyak kelapa. Pada Gambar 7, contoh hasil kromatogram transesterifikasi.



Gambar 7. Bentuk kromatogram GC hasil transesterifikasi minyak kelapa dengan metanol (Pandiangan and Simanjuntak, 2013).

2.5.2 Densitas

Densitas adalah jumlah zat yang terkandung dalam suatu unit volume. Densitas suatu bahan tidak sama pada setiap bagiannya tergantung pada faktor lingkungan seperti tekanan dan suhu. Satuan densitas adalah kg/m^3 , sedangkan dalam cgs adalah gram per sentimeter kubik (g/cm^3), yang sering juga digunakan. Faktor konversi sangat berguna dimana $1 \text{ g/cm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$. Berdasarkan SNI 7182:2015, massa jenis standar biodiesel sebesar 0,850-0,890 g/mL (Pangesti, 2017).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 6 bulan (Maret - Agustus 2022) di Laboratorium Kimia Anorganik dan Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi dan analisis dilakukan di beberapa tempat institusi yakni XRD (Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Negeri Padang), XRF (Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Negeri Padang), SEM (LT-SIT Universitas Lampung), dan GC-MS (Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia Yogyakarta).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik model AES 104 120-4, pH meter model Metrohm, oven model *memmert* UN universal 321, pemanas listrik model *stuart* AM 500C, *furnace* model *Thermolyne Muffle thermolyne* 1100, pemanas dan pengaduk magnetik model *stuart biocote*, ayakan 300 mesh, cawan porselin, terpal plastik, kertas saring, termometer, perangkat transesterifikasi, peralatan plastik dan gelas.

Karakterisasi dengan analisis XRF *PANalytical Epsilon 3*, XRD menggunakan peralatan Bruker D8 *Advance*, SEM menggunakan peralatan FEI type Inspect S50 tipe EDAX AMETEK, analisis produk menggunakan peralatan GC-MS tipe GCMS-QP2010 SE SHIMADZU.

3.2.2 Bahan-Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah batu kapur yang diperoleh dari daerah Lintau Buo Sumatera Barat, NaOH, HNO₃, metanol dari Merck Supelco, akuades, sekam padi dari daerah sekitar Bandar Lampung, dan minyak sawit.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Ekstraksi Silika Sekam Padi

Langkah awal pada penelitian ini yaitu preparasi silika sekam padi. Sampel yang digunakan berupa sekam padi yang telah dicuci sebanyak 5 kali pencucian dengan air hangat kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Setelah itu sekam padi dilarutkan dengan larutan NaOH 1,5 % sebanyak 2 L untuk 200 gram sekam padi, dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit. Setelah itu ditampung pada toples besar dan didinginkan pada suhu ruang selama 24 jam. Selanjutnya disaring hingga diperoleh filtratnya dan ditambahkan secara perlahan-lahan larutan HNO₃ 10 % hingga membentuk gel dengan pH 7,0 serta didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Proses berikutnya adalah pencucian gel silika sekam padi dengan air hangat dan menggunakan saringan 300 mesh hingga bersih dan putih kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam sehingga diperoleh serbuk silika sekam padi.

3.3.2 Preparasi Katalis Heterogen CaO/SiO₂ dengan Metode Sol Gel

Preparasi katalis heterogen CaO/SiO₂ dilakukan dengan teknik sol gel seperti pada penelitian sebelumnya (Taufiq-yap *et al.*, 2011). Sebanyak 20 g silika kering hasil ekstraksi dilarutkan ke dalam 600 mL larutan NaOH 1,5 % lalu larutan diaduk dengan pengaduk magnetik stirrer sampai terbentuk sol silika. Selanjutnya ke dalam sol silika tersebut ditambahkan dopan CaO yang telah dilarutkan dalam

HNO₃ pekat. CaO diperoleh dari hasil kalsinasi batu kapur pada suhu 600 °C. Sintesis dilakukan dengan komposisi CaO/SiO₂ dengan variasi 1:5. Larutan tetap diaduk dengan pengaduk magnetik supaya distribusi logam merata di dalam larutan, pH dikontrol yaitu pH 7,0 hingga terjadi pembentukan gel. Gel disaring dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam untuk menghilangkan air. CaO-silika kering kemudian dihaluskan dan selanjutnya dikalsinasi selama enam jam pada suhu bervariasi 500, 600, 700, 800 dan 900 °C. Selanjutnya CaO/SiO₂ dihaluskan hingga diperoleh katalis dalam bentuk bubuk.

3.3.3 Karakterisasi katalis

Karakterisasi dilakukan terhadap katalis terbaik pada CaO/SiO₂ sebagai berikut :

3.3.3.1 *X-ray diffraction (XRD)*

Sampel sebanyak 500 mg ditimbang ditempatkan pada sel sampel. Difraktogram direkam dengan pemindaian sampel pada sudut (2θ) dari 5–80° dengan kecepatan 2°/min.

3.3.3.2 *X-ray fluorescence (XRF)*

Radiasi foton elektromagnetik ditembakkan ke material sampel. Radiasi elektromagnetik yang dipancarkan akan berinteraksi dengan elektron yang ada di kulit K suatu unsur. Elektron yang ada di kulit K akan mempunyai energi kinetik yang cukup untuk melepaskan diri dari ikatan inti, sehingga elektron itu akan terpental keluar. Untuk setiap atom pada sampel, intensitas dari sinar-X karakterisasi tersebut sebanding dengan jumlah (konsentrasi) atom dalam sampel. Intensitas sinar-X karakteristik dari setiap unsur dibandingkan dengan suatu standar yang diketahui konsentrasinya, sehingga konsentrasi unsur dalam sampel dapat ditentukan.

3.3.3.3 *Fourier transform infrared (FTIR)*

Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform InfraRed (FTIR)* digunakan untuk mengidentifikasi gugus – gugus fungsi dari sampel. Sampel yang akan diuji disiapkan, kemudian diletakkan sampel pada sampel holder dan ditempatkan pada lintasan sinar alat FTIR. Alat disambungkan pada sumber listrik, lalu komputer dan alat dihidupkan. Pengukuran dilakukan dengan alat FTIR dan grafik yang terbentuk diamati. Data yang dihasilkan disimpan dan dilakukan pembahasan terhadap puncak – puncak yang terbentuk. Komputer dan alat FTIR dimatikan dan dilepas dari sumber arus listriknya.

3.3.3.4 *Scanning electron microscopy (SEM)*

Alat dinyalakan, sampel dimasukkan ke dalam Chamber SEM, komputer SEM dinyalakan. Semua kondisi diatur sesuai kebutuhan kemudian diambil gambar yang menunjukkan morfologi permukaan sampel kondisi pengukuran diatur kemudian hasil SEM disimpan dan digunakan.

3.3.4 Preparasi Minyak Kelapa Sawit

Penyiapan minyak 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 pada suhu 100 °C agar kadar air dalam minyak berkurang.

3.3.5 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit

Masing-masing CaO/SiO₂ komposisi massa 1:5 yang dikalsinasi pada suhu 500 – 900 °C digunakan sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol. Fokus penelitian dititikberatkan pada pengaruh nisbah minyak

dan metanol, jumlah katalis, dan waktu reaksi transesterifikasi terhadap jumlah rendemen reaksi.

Proses transesterifikasi dilangsungkan dalam reaktor berukuran 250 mL. Reaktor dilengkapi dengan kondensor, termometer, magnetik stirrer. Pada tahap awal ditambahkan 75 mL dan katalis 10 % (persen massa katalis/massa minyak sawit) dan 25 mL minyak kelapa 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 sama, dilakukan untuk mendapatkan katalis terbaik pada suhu kalsinasi tertentu. Katalis terbaik selanjutnya digunakan untuk penentuan pengaruh variabel kinetis lainnya yakni nisbah metanol terhadap minyak sawit, jumlah katalis, dan waktu reaksi transesterifikasi.

3.3.5.1 Pengaruh nisbah minyak dengan metanol

Salah satu variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi, nisbah minyak dengan metanol, kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini dilakukan dengan variasi nisbah minyak dengan metanol yang digunakan adalah dengan volume minyak sebagai variabel tetap yakni digunakan sebanyak 25 mL, sedangkan volume metanol divariasikan menjadi 75, 100, 125, 150, 175, 200, dan 250 mL, jumlah katalis sebesar 10 % dari berat minyak. Pada uji reaksi transesterifikasi, metanol, katalis, dan pengaduk magnet dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang selanjutnya direfluks selama 6 jam pada suhu 70 °C.

Biodiesel yang dihasilkan dari metode refluks kemudian didinginkan pada suhu kamar, disaring dan dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam agar terjadi pemisahan antara biodiesel dengan minyak yang tersisa (Pandiangan *et.al.*, 2021; Syani, 2014). Biodiesel yang dihasilkan kemudian diukur volume dan ditentukan persen konversi minyak. Nisbah minyak dengan metanol yang menghasilkan konversi terbanyak selanjutnya digunakan pada penelitian selanjutnya, yakni penentuan jumlah katalis optimum.

3.3.5.2 Jumlah katalis

Setelah diketahui kondisi optimum dari variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi yakni nisbah minyak dengan metanol, kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini, variasi jumlah katalis yang digunakan adalah 10, 15, dan 20 % dari berat minyak yang digunakan dan dengan variabel tetap seperti sebelumnya. Jumlah katalis yang menghasilkan konversi minyak terbanyak merupakan jumlah katalis optimum.

3.3.5.3 Waktu reaksi

Setelah didapatkan nisbah minyak dengan metanol dan jumlah katalis yang optimum. maka setelah itu, untuk melihat waktu optimum yang dibutuhkan transesterifikasi. Pada penelitian ini dilakukan dengan variasi waktu 6, 8, dan 10 jam.

3.3.6 Analisis produk reaksi transesterifikasi

3.3.6.1 Analisis *gas chromatography-mass spectroscopy* (GC-MS)

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak sawit dianalisis menggunakan GC-MS (Yanuar *et al.*, 2016). Analisis GC dilakukan dengan menginjeksi sampel ke kolom GC lewat *heated Injection port* yang selanjutnya akan dibawa gas pembawa yakni helium dengan laju alir 4 mL/menit melewati kolom GC yang memiliki cairan pelapis (fase diam) yang inert. Sampel masuk ke pencatat ionisasi nyala (*flame Ionization Detector-FID*) untuk mengubah senyawa organik menjadi arus listrik yang kemudian diteruskan ke perekam sehingga menghasilkan kromatogram untuk dianalisis baik kualitatif dan kuantitatif. Hasil rekaman berupa sebuah kromatogram berbentuk puncak-puncak dengan pola yang sesuai kondisi sampel dan jenis detektor yang digunakan. Pemindaian selanjutnya dilakukan untuk mencatat spektrum massa dalam interval 0,5-1 detik selama pemisahan GC dan pola spektrum tersebut

digunakan untuk penentuan jenis senyawa organik yang terdapat dalam sampel dengan cara membandingkan pola fragmentasi ion-ion molekul sampel dengan standar (Library: WILEY7.LIB).

3.3.6.2 Analisis densitas biodiesel

Penentuan densitas dilakukan berdasarkan prinsip kerja yaitu perbandingan massa contoh tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Langkah-langkah untuk analisis densitas biodiesel adalah sebagai berikut; piknometer kosong dikeringkan didalam oven kemudian ditimbang terlebih dahulu, lalu piknometer diisi dengan akuades suhu 20 °C kemudian disimpan dalam *water bath* pada suhu 25 °C selama 30 menit, selanjutnya piknometer diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat akuades diperoleh dari selisih berat piknometer berisi akuades dan berat piknometer kosong), lalu sampel minyak didinginkan pada suhu 20 °C, kemudian minyak dimasukkan dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara, bagian luar piknometer dikeringkan dan piknometer ditempatkan didalam *water bath* pada suhu konstan 25 °C selama 30 menit, lalu piknometer diangkat dari *water bath* dikeringkan, dan ditimbang (berat sampel diperoleh dengan menghitung selisih berat piknometer berisi sampel dan berat piknometer kosong).

Densitas dihitung dengan rumus pada Persamaan 2.

$$\text{Densitas} : \frac{W_1}{W_2} \times \rho_{\text{air}} \quad (2)$$

Keterangan :

W_1 = berat sampel (g)

W_2 = berat akuades (g)

ρ_{air} = densitas air (g/mL)

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

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

1. Katalis CaO/SiO_2 komposisi massa 1:5 berhasil disintesis dari silika sekam padi dan CaO batu kapur menggunakan metode sol gel.
2. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa katalis CaO/SiO_2 komposisi massa 1:5 pada suhu 500 dan 600 °C masih berfase amorf, sedangkan pada suhu 700, 800, dan 900 °C mulai terbentuk kristal.
3. Karakterisasi katalis CaO/SiO_2 menggunakan XRD, puncak 2θ menunjukkan bahwa dalam sampel katalis terdapat fase amorf dari silikon dioksida (SiO_2) dan fase kristal dari kalsium silikat (CaSiO_3).
4. Karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bahwa katalis memiliki morfologi permukaan yang heterogen dan berpori serta berbentuk bongkahan (*cluster*).
5. Katalis CaO/SiO_2 dengan perbandingan massa 1:5 pada suhu variasi 500-900 °C didapat suhu aktivasi paling optimum yaitu 800 °C yang kurang efektif digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit (nisbah minyak metanol, jumlah katalis, dan waktu reaksi) dengan capaian rendemen tertinggi hanya 40 %.
6. Karakterisasi GS-MS menunjukkan produk yang dihasilkan pada reaksi transesterifikasi merupakan metil ester.
7. Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit belum memenuhi persyaratan 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 sehingga memudahkan proses transesterifikasidan didapatkan hasil yang lebih maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Aristiani, D. 2015. Preparasi Katalis CaO/SiO_2 dari CaCO_3 dan Silika Sekam Padi dengan metode Sol Gel untuk Pengolahan Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. Skripsi. Universitas Lampung. Lampung. Hlm. 1-105.
- Aziz, I., Nurbayti, S., dan Ulum, B. 2011. Pembuatan Produk Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Jurnal Kimia Valensi*. Vol. 2(3), 89-95.
- Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung. 2019. <https://lampung.bps.go.id/site/resultTab>. Diakses pada tanggal 21 Februari 2022, pukul 10.45 WIB.
- Banurea, I. R., Setyawan, N., Yuliani, S., Herawati, H., and Hoerudin. 2021. Utilization of Rice Husk Silica as Solid Catalyst in the Transesterification Process for Biodiesel Production. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. Vol. 739(1), 45-76.
- BPPT. 2019. *Outlook Energi Indonesia 2019*. Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi. Jakarta.
- Chang, R. 2010. *Chemistry 10th edition*. McGraw-Hill. New York.
- Elfina, S., Subriadi, F., Azharman, Z., Sisca, V., and Jamarun, N. The Characteristics Calcium Oxide for Preparation of Biodiesel Application by Calcination Method. Hlm. 206–213.
- Endalew, A. K., Kiros, Y., and Zanzi, R. 2011. Heterogeneous Catalysis for Biodiesel Production from *Jatropha Curcas* Oil (JCO). *Energy*. Vol. 36(5), 2693–2700.
- Farrauto, R. J., and Capture, C. D. I. 2017. Handbook of Industrial Chemistry and Biotechnology. In *Handbook of Industrial Chemistry and Biotechnology*. Vol; 1, 134-144.
- Foroutan, R., Mohammadi, R., Esmaeili, H., Mirzaee, B. F., and Tamjidi, S. 2020. Transesterification of Waste Edible Oils to Biodiesel using Calcium Oxide, Magnesium Oxide Nanocatalyst. *Waste Management*. Vol. 105, 373–383.

- Helwani, Z., Othman, M. R., Aziz, N., Kim, J., and Fernando, W. J. N. 2009. Solid Heterogeneous Catalysts for Transesterification of Triglycerides with Methanol: A review. *Applied Catalysis A: General*. Vol. 363(1–2), 1–10.
- Ho, W. W. S., Ng, H. K., Gan, S., and Tan, S. H. 2014. Evaluation of Palm Oil Mill Fly Ash Supported Calcium Oxide as a Heterogeneous Base Catalyst in Biodiesel Synthesis From Crude Palm Oil. *Energy Conversion and Management*. Vol. 88, 1167–1178.
- Hoekman, S.K., A. Broch, C. Robbins, E. Cenicerros and M. Natarajan. 2012. Review of Biodiesel Composition, Properties, and Specifications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 16, 143-169.
- Integrated Taxonomic Information System. 2011. *Elaeis guineensis* J. https://www.itis.gov/servlet/SingleRpt?search_topic=TSN&search=28393#null. Diakses pada 29 Maret 2022.
- Jyoti, G., Keshav, A., Anandkumar, J., and Bhoi, S. 2018. Homogeneous and Heterogeneous Catalyzed Esterification of Acrylic Acid with Ethanol: Reaction Kinetics and Modeling. *International Journal of Chemical Kinetics*. Vol. 50(5), 370–380.
- Ketcong, A., Meechan, W., Naree, T., Seneevong, I., Winitsorn, A., Butnark, S., and Ngam, 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*. Vol. 20(4), 1665–1671.
- Koh, M. Y., and Tinia, T. I. 2011. A Review of Biodiesel Production from *Jatropha Urcas* L. oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Vol. 15(5), 2240–2251.
- Kriswarini R., D, Anggraini, dan Novarty. 2010. Validasi Metode Pengukuran Isotop ^{137}Cs Menggunakan Spektrometer Gamma. *Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir-BATAN*. Vol. 328-333.
- Kurniawan, E., Asril, A., and Ningsih, J. R. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Oksida dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*). *Jambura Journal of Chemistry*. Vol. 1(2), 50–54.
- 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*. Vol. 146, 116–124.
- Leofanti, G., G. Tozzola., M. Padovan., G. Petrini., S. Bordiga, and A. Zecchina. 1997. Catalyst Characterization: *Journal of Application*. Vol. 34, 329- 352.
- 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*. Vol. 279, 118-500.

- Mohadesi, M., Hojabri, Z., and Moradi, G. 2014. Biodiesel Production using Alkali Earth Metal Oxides Catalysts Synthesized by Sol Gel Method. *Biofuel Research Journal*. Vol. 1(1), 30–33.
- Moradi, G., Mohadesi, M., and Hojabri, Z. 2014. Biodiesel Production by CaO/SiO₂ Catalyst Synthesized by the Sol Pel process. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*. Vol. 113(1), 169–186.
- Nasikin, M., and Makhdiyanti, A. 2003. Sintesis Metil Ester Sebagai Aditif Bahan Bakar Solar dari Minyak Sawit. *Jurnal Teknologi*. Vol. 1, 45–50.
- Naureen, R., Tariq, I., Yusoff, Chowdhury, A.J.K., Ashraf, M.A. 2014. Synthesis, Spectroscopic and Chromatographic Studies of Sunflower Oil Biodiesel Using Optimized Base Catalyzed Methanolysis. *Saudi Journal of Biological Sciences*. Vol. 22(3): 332-339.
- Nourredine, A. 2010. Sulfate and Hydroxide Supported on Zirconium Oxide Catalysts for Biodiesel Production. Thesis. Virginia Polytechnic Institute and State University. Blacksburg. Virginia. Hlm. 1-203.
- Nurfadillah. 2011. Pemanfaatan dan Uji Kualitas Biodiesel dari Minyak Jelantah. Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Alauddin Makassar. Makassar. Hlm. 1-121.
- Ogunkunle, O., Oniya, O., and Adebayo, A. O. 2017. Yield Response of Biodiesel Production from Heterogeneous and Homogeneous Catalysis of Milk Bush Seed (*Thevetia peruviana*) Oil. *Energy and Policy Research*. Vol. 4(1), 21–28.
- Oh, S., Hyun, C. U., and Park, H. D. 2017. Near-Infrared Spectroscopy of Limestone Ore for CaO Estimation under Dry and Wet Conditions. *Minerals*. Vol. 7(10), 1–11.
- Pandiangan, K. D. 2017. Sintesis Katalis CaO dan MgO Berpendukung Silika Sekam Padi untuk Transesterifikasi Minyak Biji Karet. Disertasi. Universitas Andalas. Padang. Hlm. 1-161.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Jamarun, N., and Arief, S. 2021. The use of MgO/SiO₂ as Catalyst for Transesterification of Rubber Seed Oil with Different Alcohols. *Journal of Physics: Conference Series*. Vol. 1751(1), 1-7.
- Pandiangan, K. D., and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut oil using Dimethyl carbonate and TiO₂/SiO₂ Heterogeneous Catalyst. *Indonesian Journal of Chemistry*. Vol. 13(1), 47-52.
- 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*. Vol. 32(6), 3021-3026.

- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Ilim, I., Satria, H., and Jamarun, N. 2019. Catalytic Performance of CaO/SiO₂ Prepared from Local Limestone Industry and Rice Husk Silica. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*. Vol. 8(2), 170-178.
- 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*. Vol. 1338(1), 170-178.
- 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*. Vol. 33(6), 2891-2898.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Hadi, S., Ilim, I., and Amrulloh, H. 2021. Physical Characteristics and Utilization Of ZSM-5 Prepared from Rice Husk Silica and Aluminum Hydroxide as Catalyst for Transesterification of Ricinus Communis Oil. *Materials Research Express*. Vol. 8(6), 1-11.
- Pangesti, G. G., Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Sascori, S., Rilyanti, M. 2021. Synthesis of Zeolite-Y from Rice Husk Silica and Food Grade Aluminium Foil Using Modified Hydrothermal Method. *Journal of Physics*. Vol. 1751, 51-78.
- Pratiwi, E. 2015. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Buah Ketapang dengan Metode Reactive Extraction. Skripsi. Universitas Lampung. Lampung. Hlm. 1-104.
- Richardson, J. T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York.
- Roy, T., Sahani, S., and Sharma, Y. C. 2020. Study on Kinetics-Thermodynamics and Environmental Parameter of Biodiesel Production From Waste Cooking Oil and Castor Oil Using Potassium Modified Oxide Catalyst. *Journal of Cleaner Production*. Vol. 247(1), 1-43.
- Sharma, Y. C., Singh, B., and Korstad, J. 2011. Latest Developments on Application of Heterogenous Basic Catalysts for an Efficient and Eco Friendly Synthesis of Biodiesel: A review. *Fuel*. Vol. 90(4), 1309–1324.
- 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*. Vol. 32(4), 2079–2085.
- Singh, L. P., Agarwal, S. K. Bhattacharyya, S. K., Sharma, U., and Ahalawat, S. 2011. Preparation of Silica Nanoparticles and Its Beneficial Role in Cementitious Materials. *Nanometer Nanotechnol*. Vol. 1(1), 44-51.
- Sisca, V., Deska, A., Syukri, Zilfa, and Jamarun, N. 2021. Synthesis and

Characterization of CaO Limestone from Lintau Buo Supported by TiO₂ as a Heterogeneous Catalyst in the Production of Biodiesel. *Indonesian Journal of Chemistry*. Vol. 21(4), 979–989.

- Siswanto, Sormin, D. P., Hikmawati, D., Aminatun, and Apsari, R. 2021. Effect of pH Condition during Sol Gel Synthesis on the Volume Fraction of Hydroxyapatite from Sea Coral. *Journal of Physics: Conference Series*. Vol. 1825(1), 1-7.
- Syani, F. 2014. Sintesis Zeolit Berbasis Sekam Padi dengan Metode Elektrokimia sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa. Skripsi. Universitas Lampung. Lampung. Hlm. 1-97.
- Tariq, M., S. Ali, F. Ahmad, M. Ahmad, M. Zafar, N. Khalid and M.A. Khan. 2011. Identification, FT-IR, NMR (¹H and ¹³C) and GC/MS Studies of Fatty Acid Methyl Esters in Biodiesel from Rocket Seed Oil. *Fuel Processing Technology*. Vol. 92(3), 336-341.
- Taufiq-Yap, Y. H., Lee, H. V., Hussein, M. Z., and Yunus, R. 2011. Calcium-Based Mixed Oxide Catalysts for Methanolysis of Jatropha Curcas Oil to Biodiesel. *Biomass and Bioenergy*. Vol. 35(2), 827–834.
- Tim Departemen Teknologi Pertanian. 2005. Proses Pembuatan Minyak Jarak Sebagai Bahan Bakar Alternatif. Fakultas Pertanian Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Widianto, T. N., dan Utomo, B. S. B. 2010. Pemanfaatan Minyak Ikan untuk Produksi Biodiesel. *Squalen*. Vol. 5(1), 15–22.
- Wijaya, V. W. 2017. Efek Suhu dan Konsentrasi Katalis dalam Proses Transesterifikasi in Situ Terhadap Produksi Biodiesel dari Spent Bleaching Earth (SBE). Skripsi. Universitas Lampung. Lampung. Hlm, 1-132.
- Witoon, T., S. Bumrungsalee, P. Vathavanichkul and S. Palitsakun. 2014. Biodiesel Production from Transesterification of Palm Oil with Methanol over CaO Supported on Bimodal Mesi-Macroporous Silica Catalyst. *Bioresource Technology*. Vol. 156: 329-334.
- Yanuar, A. P., Pratikno, H., and Titah, T. 2016. Pengaruh Penambahan Inhibitor Alami terhadap Laju Korosi pada Material Pipa dalam Larutan Air Laut Buatan. *Jurnal Teknik ITS*. Vol. 5(2), 8–13.
- Ye, R.-P., Liao, L., Reina, T. R., Liu, J., Chevella, D., Jin, Y., Fan, M., & Liu, J. 2021. Engineering Ni/SiO₂ Catalysts for Enhanced CO₂ Methanation. *Fuel*. Vol. 285, 1-10.
- Yuniva, N. 2010. Analisa Mutu Crude Palm Oil (CPO) dengan Parameter Kadar Asam Lemak Bebas (ALB), Kadar Air dan Kadar Zat Pengotor di Pabrik Kelapa Sawit Pekanbaru. Skripsi. Universitas Islam Negeri Sultan Syarif Kasim Riau. Riau. Hlm. 1-143.