

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO_2
DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:3 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

(Skripsi)

Oleh

Nurkhalisah



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2023**

ABSTRAK

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS CaO/SiO_2 DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:3 SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT

Oleh

NURKHALISAH

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis CaO/SiO_2 dari CaCO_3 (batu kapur) dan silika sekam padi dengan komposisi massa 1:3 dengan metode sol gel, dan aplikasinya untuk transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol. CaCO_3 dikalsinasi pada suhu 600°C agar CaCO_3 terdekomposisi menjadi CaO , selanjutnya katalis disintesis dengan penambahan CaO ke dalam larutan silika. Sebelum digunakan, katalis CaO/SiO_2 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 $700\text{-}900^\circ\text{C}$ sudah berada pada fasa kristalin dan persen kristalinitas tertinggi yakni sebesar 29,96% yang terdapat pada sampel katalis suhu kalsinasi 800°C . Analisis dengan SEM mengidentifikasi morfologi ditandai dengan adanya granula dan partikel-partikel kecil disekeliling granula 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 8:1, jumlah katalis 20%, dan waktu reaksi 10 jam pada suhu 70°C dengan tingkat konversi minyak menjadi biodiesel maksimum yang dicapai adalah sebesar 74%. Hasil analisis dengan GC-MS menunjukkan bahwa biodiesel tidak seluruhnya terbentuk menjadi metil ester. 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 1:3 AS CATALYST FOR TRANSESTERIFICATION OF CRUDE PALM OIL

By

NURKHALISAH

In this study, the synthesis of CaO/SiO₂ catalyst from CaCO₃ (limestone) and rice husk silica with a mass composition of 1:3 by sol gel method was carried out, and its application for transesterification of palm oil with methanol. CaCO₃ was calcined at 600°C so that CaCO₃ decomposed into CaO, then the catalyst was synthesized by adding CaO into silica solution. Before use, the catalyst CaO/SiO₂ was calcined with temperature variations of 500, 600, 700, 800 and 900°C for 6 hours. XRD analysis shows that the catalyst calcined at 500 and 600°C is still in the amorphous phase while at 700-900°C it is already in the crystalline phase and the highest percentage of crystallinity is 29.96% which is found in the 800°C calcination temperature catalyst sample. SEM analysis identified the morphology characterized by the presence of granules and small particles around the granules at a calcination temperature of 800°C. The best catalytic activity test in the transesterification reaction was shown by the catalyst calcined at 800°C. The experimental conditions of transesterification were obtained by using oil to methanol ratio of 8:1, catalyst amount of 20%, and reaction time of 10 hours at 70°C with the maximum conversion rate of oil to biodiesel achieved was 74%. GC-MS analysis showed that biodiesel was not completely formed into methyl esters. Physical characterization of biodiesel such as density and viscosity has not met the standards of SNI 7182: 2015.

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

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP AKTIVITAS
CaO/SiO₂ DENGAN KOMPOSISI MASSA 1:3 SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT**

Oleh

NURKHALISAH

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
1:3 SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI
MINYAK KELAPA SAWIT**

Nama : **Nurkhalisah**

NPM : **1817011042**

Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**




1. **Komisi Pembimbing**

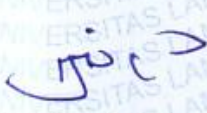
Pembimbing 1

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

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 13 April 2023

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Nurkhalisah
Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011042
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul “Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO₂ Dengan Komposisi Massa 1:3 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit” adalah benar hasil karya sendiri dan tidak pernah digunakan dan diterima sebagai syarat penyelesaian studi pada universitas lain. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Bandar Lampung, 13 April 2023
Yang Menyatakan



Nurkhalisah
1817011042

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Nurkhalisah dilahirkan di Pandeglang pada tanggal 23 Maret 2000. Penulis merupakan anak pertama dari pasangan Bapak Muhammad Islah dan Ibu Koriah. Penulis mengawali Pendidikan formal di SD Negeri 6 Kadumerak pada tahun 2006 dan lulus pada tahun 2012.

Kemudian penulis melanjutkan Pendidikan Sekolah Menengah Pertama (SMP) di Ponpes Modern Darel Azhar Rangkasbitung hingga tahun 2015, dan melanjutkan di SMA Negeri 1 Pandeglang yang diselesaikan pada tahun 2018. Pada tahun 2018 penulis diterima di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung, dengan Program Studi S-1 Kimia melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi salah satu *Awardee Bright Scholarship Batch 4* dalam naungan Yayasan Baitul Maal Bank Rakyat Indonesia (YBM BRI). Penulis berkesempatan mengikuti Saresehan Nasional *Bright Scholarship* yang dilaksanakan di Vila Ratu, Bogor pada tahun 2019. Penulis juga terdaftar sebagai Anggota Kader Muda Himaki (KAMI) FMIPA Unila Periode 2018-2019, *Member* Komunitas Ini Mentoring (IM) Periode 2019, Anggota Bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia (SPIK) Himaki FMIPA Unila Periode 2019-2020 dan Staf Ahli Kementrian Sekretaris Kabinet BEM U Unila Periode 2020-2021.

Penulis pernah mengikuti berbagai kegiatan kemahasiswaan diantaranya: Membentuk Karakter (Mekar) Himaki FMIPA Unila 2018, Latihan

Kepemimpinan dan Manajemen Mahasiswa Tingkat Menengah (LKMM-TM) BEM FMIPA Unila 2019, selain itu ada pula kegiatan sosial yang diikuti seperti 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 Cikoneng, Kecamatan Anyer, Kabupaten Serang, Banten. Pada bulan September sampai November 2021 penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Anorganik/Fisik Jurusan Kimia Universitas Lampung. Pada bulan Maret sampai Oktober 2022 penulis menyelesaikan penelitian yang diberi Judul “Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Aktivitas CaO/SiO_2 Dengan Komposisi Massa 1:3 Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit” di Laboratorium Polimer Universitas Lampung.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Puji syukur kepada Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya
Penulis mempersembahkan karya ini sebagai wujud bakti dan tanggung
jawab kepada:*

Kedua orang tuaku

*Yang telah membesarkan, mendidik, mendoakan, memberikan kasih
sayang dan motivasi kepada penulis. Semoga Allah SWT membalas
semua kebaikan yang selalu diberikan kepada penulis*

Adik-adikku dan keluarga besar

Yang telah memberikan dukungan dan semangat

Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan, M.Si. dan Dr. Ilim, M.S.

*Yang telah sabar membimbing, memberikan ilmu, serta saran dan
masukannya selama menempuh pendidikan dan penelitian di kampus*

Sahabat-sahabatku tercinta

*Yang selalu sabar menemani, memberikan keceriaan, motivasi, dan
semangat*

Seseorang yang kelak menjadi pendamping hidup

Almamater tercinta

Universitas Lampung

MOTTO

“Dan janganlah kamu berputus asa dari rahmat Allah. Sesungguhnya tiada berputus dari rahmat Allah melainkan orang-orang yang kufur”

(Q.S. Yusuf: 87)

“Proses sama pentingnya dibandingkan hasil. Hasilnya nihil tak apa. Yang penting sebuah proses telah dicanangkan dan dilaksanakan”

(Sujiwo Tejo)

“Jalan pelan-pelan bukan berarti terlambat, bukan berarti tidak mampu jalan lebih cepat. Terkadang kita perlu hidup seperti kura-kura sebentar, untuk merasakan banyak hal dengan waktu yang lebih lama. Untuk bisa memaksimalkan sebuah momen, karena tidak semua hal bisa kejadian dua kali”

(Rintik Sedu)

“Everyone has their own path and own time”

(Penulis)

SANWACANA

Puji syukur kehadirat 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 1:3 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. Ibu Prof. Dr. Kamisah D. Pandiang, M.Si. selaku pembimbing I atas segala kebaikan, ilmu, motivasi, kritik, saran, kesabaran dan bimbingan sehingga penulis bisa menyelesaikan penelitian dan skripsi ini dengan baik.
2. Ibu Dr. Ilim, M.S. selaku pembimbing II atas segala saran, nasehat, kesabaran, keikhlasan, bimbingan, dan ilmu yang bermanfaat kepada penulis dalam perencanaan dan penyelesaian penelitian serta skripsi ini.
3. Bapak Prof. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc. PhD. selaku pembahas penelitian yang telah memberikan arahan dan nasihat kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Ibu Prof. Dr. Noviany, S.Si., M.Si. selaku pembimbing akademik, penulis mengucapkan terimakasih banyak atas bimbingan, perhatian, nasehat, motivasi, dan kesabaran dalam membimbing penulis terkait permasalahan akademik selama masa perkuliahan ini.
5. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.

6. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh dedikasi dan ilmu yang diberikan kepada penulis selama perkuliahan.
8. Seluruh laboran, staff, dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah membantu penulis menyelesaikan studi.
9. Bapakku Muhammad Islah dan Ibuku tercinta Alm. Koriah serta Ibu Nur Halimah yang telah membimbing penulis sejak kecil hingga menyelesaikan studi sarjana ini. Terima kasih atas kepercayaannya dan mendukung segala keputusan yang penulis pilih, selalu memberikan kasih sayang, nasihat, motivasi, semangat, dan segalanya. Semoga Allah membalas dengan *Jannah-Nya. Aamiin Allahumma Aamiin.*
10. Adik-adikku tersayang, Muhammad Musyafa Ainul Yaqin dan Muhammad Yusuf Al-Bukhori, semoga menjadi anak yang sholeh, berbakti kepada orang tua, serta bermanfaat bagi orang banyak.
11. Keluarga besar yang selalu memberikan dukungan dan doa kepada penulis.
12. Rekan-rekan penelitianku, Zulfa, Randi, dan Chori. Terima kasih atas kebersamaan, ilmu, dan semangatnya kepada penulis. Memberikan kesan baik, memotivasi, kritik, dan saran hingga penulis bisa menyelesaikan studi.
13. Rekan-rekan di Laboratorium Polimer dan Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan bantuan dan saran kepada penulis.
14. Sahabatku selama kuliah, DPO (Shafa, Kokom, Putri, Zulfa, Savol, Tri, dan Sania). Terima kasih selalu memberikan semangat, arahan, motivasi, dan memberikan energi positif serta memberikan kemudahan dalam menyelesaikan tugas selama perkuliahan kepada penulis.
15. Keluarga besar Kimia 2018. Terima kasih atas segala pertemanan dan kekeluargaannya selama ini. Semoga kita semua bisa menjadi orang yang sukses di masa depan serta berguna bagi keluarga, nusa, dan bangsa. Aamiin.
16. Keluarga besar di Asrama *Bright Scholarship* (BS) 4 Putri Unila, Elci, Mile, Armi, Tuti, Salma, Nisa, Desi, Diah, Firra, dan Wulan. Terima kasih atas segala pengalaman dan kebersamaannya selama 2 tahun di Asrama, terima

kasih atas segala kebaikan, keceriaan dan juga energi positif nya selama penulis tinggal di Asrama.

17. Teh Rizky Fitria selaku mentor penulis di BS. Terima kasih atas kebaikan dan ilmu yang telah diberikan kepada penulis serta terima kasih telah membantu penulis dalam menghadapi masalah terberat dalam hidup penulis. Semoga teteh selalu dalam keadaan sehat dan bahagia.
18. Sahabatku, Diah Andreani. Terima kasih selalu menerima penulis dalam kondisi apapun, terima kasih sudah menguatkan penulis dalam menghadapi masalah, memberikan motivasi, canda tawa dan keceriaan kepada penulis serta selalu mengingatkan dalam kebaikan. Semoga persahabatan kita *until Jannah*. Aamiinn.
19. Terima kasih banyak atas segala bantuan dan doanya bagi seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.
20. *Last but not least*, aku ingin berterima kasih kepada diriku sendiri karena selalu kuat, sabar, dan penuh rasa syukur dalam menjalani setiap lika-liku kehidupan. Terima kasih karena tidak pernah menyerah dan berhenti meskipun berada di titik terendah hidup selama menjalani perkuliahan S1 ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, Penulis memohon maaf atas segala kekurangan tersebut dan berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi siapapun yang membaca, khususnya rekan-rekan mahasiswa kimia.

Bandar Lampung, 13 April 2023
Penulis

Nurkhalisah

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI	ii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	vi
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	5
1.3 Manfaat Penelitian.....	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Biodiesel.....	7
2.2 Minyak Kelapa Sawit	8
2.3 Transesterifikasi	10
2.4 Katalis.....	12
2.5 Kalsium Oksida (CaO)	13
2.6 Silika Sekam Padi.....	14
2.7 Sintesis Katalis dengan Metode Sol Gel	14
2.8 Karakterisasi Katalis.....	15
2.8.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	16
2.8.2 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	18
2.8.3 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	19
2.8.4 <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	20
2.9 Karakterisasi Biodiesel.....	22
2.9.1 <i>Analisis Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)</i>	22

2.9.2	Uji Kualitas Biodiesel	24
2.9.2.1.	Densitas	24
2.9.2.2.	Viskositas	25
III.	METODE PENELITIAN	26
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2	Alat dan Bahan	26
3.3	Prosedur Penelitian.....	27
3.3.1	Preparasi Sekam Padi	27
3.3.2	Ekstraksi Silika Sekam Padi	27
3.3.3	Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol Gel.....	28
3.3.4	Kalsinasi Katalis	29
3.3.5	Karakterisasi Katalis.....	29
3.3.6	Preparasi Minyak Kelapa Sawit	29
3.3.7	Uji Aktivitas Katalis Pada Reaksi Transesterifikasi.....	30
3.3.7.1.	Pengaruh nisbah metanol terhadap minyak.....	30
3.3.7.2.	Pengaruh jumlah katalis	31
3.3.7.3.	Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi	31
3.3.8	Karakterisasi Biodiesel	31
3.3.8.1	Analisis <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS).....	31
3.3.8.2	Uji kualitas biodiesel.....	32
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
4.1	Pengantar	35
4.2	Ekstraksi Sekam Padi	36
4.3	Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol Gel.....	38
4.4	Karakterisasi Katalis	39
4.4.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	40
4.4.2	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	45
4.4.3	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	46
4.4.4	<i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	49
4.5	Preparasi Minyak Kelapa Sawit	51
4.6	Uji Aktivitas Katalis Pada Reaksi Transesterifikasi	52
4.6.1	Pengaruh Nisbah Metanol Terhadap Minyak	55
4.6.2	Pengaruh Jumlah Katalis.....	56
4.6.3	Pengaruh Waktu Reaksi Transesterifikasi	57
4.7	Karakterisasi Biodiesel.....	58
4.7.1	<i>Gas Chromatography Mass Spectrometry</i> (GC-MS).....	59
4.7.2	Kualitas Biodiesel	61

V. SIMPULAN DAN SARAN.....	63
5.1 Simpulan.....	63
5.2 Saran.....	64
 DAFTAR PUSTAKA.....	 65

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit.....	9
2. Standar kualitas minyak kelapa sawit	10
3. Komposisi oksida logam CaO/SiO ₂ hasil XRF.....	18
4. Komponen senyawa yang terkandung dalam produk hasil transesterifikasi minyak kelapa sawit.....	24
5. Pengaruh suhu kalsinasi katalis CaO/SiO ₂ 1:3 terhadap persentase amorf dan kristalinitas	45
6. Komposisi katalis CaO/SiO ₂ 1:3.....	45
7. Daerah puncak bilangan gelombang katalis CaO/SiO ₂ suhu kalsinasi 800°C.....	51
8. Hasil analisa GC-MS	60
9. Hasil uji parameter fisik biodiesel	62
10. Syarat baku mutu biodiesel SNI 7182:2015.....	75
11. Persen konversi minyak kelapa sawit berdasarkan suhu kalsinasi	78
12. Persen konversi minyak kelapa sawit berdasarkan nisbah metanol : minyak.....	78
13. Persen konversi minyak kelapa sawit berdasarkan jumlah katalis	79
14. Persen konversi minyak kelapa sawit berdasarkan waktu transesterifikasi	79
15. Nilai kristalinitas katalis CaO/SiO ₂ 1:3 pada variasi suhu kalsinasi.....	81

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi transesterifikasi (Pukale et al., 2015)	11
2. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD (Bunaciu et al., 2015).....	17
3. Difraktogram katalis (a) CaO/SiO ₂ (b) CaO terkalsinasi (Khazaai et al., 2021). 17	
4. Morfologi SEM SiO ₂ (a) 5000x (b) 10.000x dan CaO/SiO ₂ 40% (c) 5.000x (d) 10.000x (Ndak dkk., 2021).	20
5. Skema komponen utama spektrofotometer IR (Mohamed et al., 2017).	21
6. Spektrum FTIR dari CaO (Roschat et al., 2016).....	22
7. Spektrum massa metil palmitat (Santoso et al., 2019).....	23
8. Tahapan ekstraksi silika sekam padi: (a) sekam padi bersih; (b) sekam padi yang diekstraksi; (c) gel silika sebelum dicuci; (d) gel silika setelah dicuci; (e) silika kering; (f) serbuk silika	37
9. Pembuatan sol silika.....	38
10. Proses pembuatan katalis CaO/SiO ₂ (a) sol gel katalis CaO/SiO ₂ (b) gel katalis CaO/SiO ₂ (c) bubuk katalis CaO/SiO ₂	39
11. Difraktogram XRD katalis CaO/SiO ₂ 500°C	40
12. Difraktogram XRD katalis CaO/SiO ₂ 600°C	41
13. Difraktogram XRD katalis CaO/SiO ₂ 700°C	41
14. Difraktogram XRD katalis CaO/SiO ₂ 800°C	42
15. Difraktogram XRD katalis CaO/SiO ₂ 900°C	43
16. Perbandingan pola difraktogram terhadap variasi suhu kalsinasi katalis CaO/SiO ₂ (a) 500 (b) 600 (c) 700 (d) 800 dan (e) 900°C	44
17. Morfologi SEM katalis CaO dengan perbesaran (a) 1000 (b) 5000 (c) 10.000 dan (d) 15.000 kali	46
18. Morfologi SEM katalis SiO ₂ dengan perbesaran (a) 1000 (b) 5000 (c) 10.000 dan (d) 15.000 kali	47
19. Morfologi SEM katalis CaO/SiO ₂ 600°C dengan perbesaran (a) 1000 (b) 5000 (c) 10.000 dan (d) 15.000 kali.....	48
20. Morfologi SEM katalis CaO/SiO ₂ 800°C dengan perbesaran (a) 1000 (b) 5000 (c) 10.000 dan (d) 15.000 kali.....	48
21. Spektrum FTIR katalis CaO/SiO ₂ suhu kalsinasi 800°C.	49

22. Preparasi minyak kelapa sawit (a) pemanasan minyak, (b) penyaringan minyak, dan (c) minyak kelapa sawit siap digunakan	51
23. Alat refluks.....	53
24. Pemisahan biodiesel.....	53
25. Grafik hasil konversi berdasarkan suhu kalsinasi	54
26. Grafik hasil konversi berdasarkan perbandingan nisbah metanol/minyak	55
27. Grafik hasil konversi berdasarkan jumlah katalis	56
28. Grafik hasil konversi berdasarkan waktu transesterifikasi.....	57
29. Kromatogram hasil transesterifikasi minyak sawit pada kondisi optimum	59
30. Data MS puncak 1 (a) metil palmitat (b) standar	83
31. Data MS puncak 1 (a) metil oleat (b) standar	83

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan bakar minyak merupakan sumber energi dengan konsumsi terbesar di dunia jika dibandingkan dengan sumber energi lainnya. Kebutuhan bahan bakar minyak terus meningkat seiring dengan peningkatan jumlah kendaraan dan industrialisasi dunia. Ketergantungan masyarakat Indonesia terhadap transportasi juga secara tidak langsung meningkatkan konsumsi bahan bakar. Badan Pusat Statistik (BPS) pada tahun 2021 melaporkan bahwa 42 ribu ton bahan bakar minyak diperoleh dari impor. Jika impor dilakukan secara terus menerus hal ini akan mengakibatkan ketergantungan negara pada hasil impor. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya untuk mengurangi ketergantungan terhadap bahan bakar minyak hasil impor. Salah satu upaya tersebut adalah dengan bioenergi yaitu pengembangan bahan bakar alternatif terbarukan yang saat ini tengah menjadi perhatian dunia.

Berbagai jenis bahan bakar alternatif terbarukan telah dikembangkan, termasuk bioetanol (Donuata dkk., 2019; Nurhadi dkk., 2018), biogas (Santoso dkk., 2020), dan biodiesel (Annisa *et al.*, 2017). Di antara sumber energi alternatif tersebut, biodiesel memiliki potensi besar untuk dikembangkan di Indonesia karena memiliki berbagai sumber bahan baku biodiesel seperti minyak jagung (Moradi *et al.*, 2014), minyak jarak (Martínez *et al.*, 2019), minyak biji karet (Pandiangan *et al.*, 2021), minyak kelapa (Murray and Wyse-Mason, 2018) dan minyak kelapa sawit (Khazaai *et al.*, 2021). Salah satu bahan yang dapat digunakan dalam memproduksi biodiesel adalah minyak kelapa sawit (Khazaai *et al.*, 2021).

Indonesia merupakan negara penghasil kelapa sawit terbesar di dunia dengan produksi 44,80 juta ton dengan luas areal perkebunan kelapa sawit 14,46 juta hektar (Badan Pusat Statistik, 2020). Dengan jumlah produksi yang melimpah tersebut, apabila minyak kelapa sawit dapat diolah dengan baik, maka dapat meningkatkan nilai ekonomi dari minyak tersebut. Disisi lain minyak kelapa sawit merupakan bahan baku biodiesel yang mengandung asam palmitat dan asam oleat yang tinggi, dimana kedua asam tersebut dikenal sebagai asam lemak terbaik untuk produksi biodiesel (Zahan and Kano, 2018), mudah diperoleh dan relatif murah (Roschat *et al.*, 2016).

Pemerintah Indonesia yang secara bertahap menaikkan persentase biodiesel dalam bahan bakar diesel juga menunjukkan keseriusan pemerintah dalam menjadikan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif terbarukan utama di Indonesia. Presiden Indonesia kini telah mengeluarkan program mengenai mandatori B30, yakni kewajiban mencampur biodiesel sebesar 30% dari total solar, meskipun masih dengan persentase yang kecil. Namun dalam beberapa tahun kedepan pemerintah menargetkan penggunaan biodiesel bisa mencapai B100 (100% biodiesel murni) (Kementerian ESDM, 2020).

Pembuatan biodiesel dari minyak nabati dengan alkohol umumnya dilakukan dengan proses transesterifikasi menggunakan katalis untuk mempercepat reaksi. Katalis homogen merupakan katalis yang sering digunakan pada proses transesterifikasi karena katalis jenis ini memiliki aktivitas katalitik yang tinggi pada suhu rendah terutama yang bersifat basa. Beberapa peneliti telah melaporkan penggunaan katalis homogen asam maupun basa dalam proses pembuatan biodiesel yakni H_2SO_4 (Marchetti *et al.*, 2011), HCl (Kim *et al.*, 2015), NaOH (Yang *et al.*, 2011) dan KOH (Agarwal *et al.*, 2012). Akan tetapi, katalis homogen bersifat korosif, sulit dipisahkan dari produk sehingga dapat meracuni biodiesel yang dihasilkan (Li *et al.*, 2014). Oleh karena itu, untuk mengatasi hal tersebut para peneliti dewasa ini mulai aktif mengembangkan penggunaan katalis heterogen. Pada penggunaan katalis heterogen untuk menghasilkan biodiesel, CaO merupakan salah satu jenis katalis yang menarik

perhatian. CaO adalah salah satu jenis katalis oksida logam yang murah dan mudah diperoleh, dengan sumber bahan baku yang melimpah (Ketcong *et al.*, 2014). CaO dapat diperoleh dari hasil kalsinasi CaCO_3 pada temperatur tinggi (Kouzu and Hidaka, 2012). CaCO_3 ditemukan dalam bahan alami seperti batu kapur (Suprpto *et al.*, 2016). Batu kapur merupakan sedimen alami rumpun karbonat dan sebagian merupakan mineral gabungan dari dua karbonat yakni CaCO_3 dan MgCO_3 (Royani dkk., 2018). Selain murah dan mudah didapat, keunggulan CaO sebagai katalis adalah tidak beracun, memiliki nilai basa tinggi dan tidak mudah larut dalam metanol (Pandiangan *et al.*, 2016).

Beberapa peneliti telah melaporkan keberhasilan produksi biodiesel dengan katalis heterogen antara lain Wong *et al* (2015) menggunakan katalis CaO/CeO_2 menghasilkan konversi sebesar 98%, Abukhadra *et al* (2020) menggunakan katalis CaO/MgO menghasilkan konversi sebesar 98,8%, Pandiangan *et al* (2019) dan Khazaai *et al* (2021) dengan menggunakan katalis CaO/SiO_2 menghasilkan konversi sebesar 98,3% dan 93,01%.

Pada penelitian ini akan dipelajari efektivitas penggunaan katalis heterogen yakni CaO/SiO_2 menggunakan batu kapur sebagai sumber CaO dan SiO_2 hasil ekstraksi dari sekam padi. CaO yang digunakan dalam penelitian ini 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 (Rafiee *et al.*, 2012). Salah satu faktor yang mempengaruhi keberhasilan sintesis katalis heterogen adalah komposisi oksida logam pada penyangga (Mohadesi *et al.*, 2014) yakni jenis material berpori seperti silika, zeolit, dan alumina (Pandiangan *et al.*, 2016). Pada penelitian ini, silika digunakan sebagai penyangga sintesis CaO/SiO_2 dan silika yang digunakan bersumber dari sekam padi. Sekam padi dipilih sebagai sumber silika karena ketersediaannya yang sangat melimpah di Indonesia termasuk Provinsi Lampung. Berdasarkan hasil padi yang telah digiling, sekitar 20% merupakan sekam padi. Jika merujuk pada data

Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung pada tahun 2021, total produksi padi 2,50 juta ton, maka dihasilkan sekam padi sebanyak 500 ribu ton. Silika sekam padi dapat larut dalam larutan alkalis seperti larutan NaOH dan KOH, sehingga dapat diekstrak dengan menggunakan metode ekstraksi alkalis (Pandiangan *et al.*, 2016) dan dihasilkan silika dengan kemurnian tinggi. Kemurnian silika telah dilaporkan oleh Pandiangan *et al* (2021) yaitu sebesar 97,86% dan bersifat amorf (Falaah dkk., 2016).

Katalis CaO/SiO₂ dalam penelitian ini disintesis dengan metode sol gel. Metode sol gel dipilih karena memiliki beberapa keunggulan, seperti dapat mengontrol komposisi secara tepat, memiliki kemurnian dan homogenitas yang tinggi, menggunakan temperatur yang rendah, serta partikel-partikel padat yang diperoleh dapat mencapai ukuran nanometer sehingga memiliki luas permukaan yang besar (Siswanto *et al.*, 2021). Pada penelitian ini sintesis katalis CaO/SiO₂ dilakukan dengan komposisi tetap 1:3 kemudian dikalsinasi pada suhu 500, 600, 700, 800 dan 900°C.

Keberhasilan pembentukan CaO/SiO₂ dievaluasi dengan teknik *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Pada penelitian sebelumnya, transesterifikasi minyak nabati dengan katalis CaO/SiO₂ telah dilakukan oleh Khazaai *et al* (2021) menggunakan minyak kelapa sawit, katalis dikalsinasi pada suhu 900°C selama 2 jam, rasio metanol/minyak 12:1, suhu reaksi 65°C, jumlah katalis 5% dan waktu reaksi yaitu 1,5 jam menghasilkan biodiesel sebesar 93,01%. Pandiangan *et al* (2019) menggunakan minyak kelapa, katalis dikalsinasi pada suhu 700°C selama 6 jam, rasio metanol/minyak 8:1, suhu reaksi 70°C, jumlah katalis 5% dan waktu reaksi yaitu 1 jam menghasilkan biodiesel sebesar 98,3% dan Moradi *et al* (2014) menggunakan minyak jagung, katalis dikalsinasi pada suhu 650°C selama 3 jam, rasio metanol/minyak 16:1, suhu reaksi 60°C, jumlah katalis 6% dan waktu reaksi yaitu 8 jam menghasilkan biodiesel sebesar 98,5%.

Berdasarkan uraian di atas, dalam penelitian ini dipelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap aktivitas katalitik CaO/SiO₂ pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit. Katalis yang terbentuk dikalsinasi pada suhu 500, 600, 700, 800, dan 900°C selama 6 jam. Selain penggunaan katalis yang tepat, keberhasilan reaksi transesterifikasi juga dipengaruhi oleh beberapa variabel kinetis reaksi. Pada penelitian variabel kinetis reaksi yang dipelajari meliputi rasio metanol terhadap minyak, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi. Efektivitas reaksi dievaluasi dengan pengukuran rendemen yang dihasilkan. Untuk mengetahui komponen yang terdapat dalam produk reaksi, maka dilakukan analisis menggunakan *Gas Chromatography and Mass Spectroscopy* (GC-MS). Analisis akhir dilakukan untuk mengevaluasi kesesuaian produk berdasarkan parameter teknis sesuai yang dipersyaratkan SNI 7182:2015.

1.2 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah diuraikan di atas, penelitian ini dilakukan dengan tujuan khusus sebagai berikut:

1. Mensintesis katalis CaO/SiO₂ dengan menggunakan metode sol gel.
2. Mempelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap aktivitas katalitik CaO/SiO₂ pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menjadi biodiesel.
3. Mengkarakterisasi CaO/SiO₂ menggunakan XRD, XRF, SEM dan FTIR.
4. Mengkaji pengaruh variabel kinetis terhadap reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit berupa rasio metanol terhadap minyak kelapa sawit, jumlah katalis, dan waktu reaksi.
5. Mengkarakterisasi hasil produk dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit menggunakan metode GC-MS, densitas, dan viskositas.

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Meningkatkan daya guna sekam padi sebagai sumber silika.
2. Memberikan informasi mengenai pemanfaatan batu kapur sebagai bahan baku katalis.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Dewasa ini, bahan bakar alternatif terbarukan tengah menarik perhatian dunia karena ketersediaannya terus menurun dan penggunaannya berdampak buruk bagi lingkungan. Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif terbarukan yang memiliki potensi besar untuk dikembangkan di dunia. Biodiesel yang ditujukan bagi mesin diesel didefinisikan sebagai senyawa metil ester asam lemak yang didapatkan dari reaksi transesterifikasi trigliserida dan metanol dengan bantuan katalis (Li *et al.*, 2018).

Produksi bermula pada tahun 1900 ketika Sir Rudolf Diesel berhasil menjalankan mesin diesel konvensional dengan menggunakan minyak nabati tanpa modifikasi apapun. Namun, penelitian lebih lanjut membuktikan bahwa penggunaan minyak nabati dan lemak hewan sebagai bahan bakar diesel kurang tepat dikarenakan massa molekul yang besar, volatilitas rendah, dan viskositas kinematik tinggi, yang mengakibatkan penurunan kerja mesin dan munculnya masalah pada mesin. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, beberapa metode telah diuji seperti pencampuran biodiesel dengan petrodiesel, mikroemulsifikasi, pirolisis, dan transesterifikasi (Zahan and Kano, 2018).

Sebagai bahan bakar alternatif yang menjanjikan keuntungan di masa depan, biodiesel memiliki banyak keunggulan. Biodiesel tidak beracun, sedikit mengemisikan karbondioksida dan bebas sulfur sehingga lebih ramah lingkungan

dibandingkan bahan bakar diesel berbasis fosil (Martínez *et al.*, 2019). Dengan memanfaatkan lemak hewan, minyak nabati non pangan, serta mikroalga sebagai bahan baku produksi, biodiesel menjadi bahan bakar yang dapat dikembangkan (*renewable*) dan dapat terurai secara alami (*biodegradable*). Sebagai bahan bakar alternatif, biodiesel memiliki angka setana dan titik nyala yang relatif tinggi, residu karbon yang sedikit, kadar abu yang rendah, sehingga baik untuk kerja mesin.

Sumber biodiesel yang sering diteliti adalah minyak kelapa, minyak jelantah, minyak jarak, minyak jagung, minyak kedelai dan minyak kelapa sawit. Dari beberapa sumber tersebut menghasilkan *yield* biodiesel yang tinggi. Seperti Pandiangan *et al* (2019) memproduksi biodiesel dengan bahan baku minyak kelapa, metanol sebagai alkohol dan katalis CaO/SiO₂ menghasilkan *yield* sebesar 98,3%. Abukhadra *et al* (2020) melakukan pembuatan biodiesel menggunakan bahan baku minyak jarak dengan alkohol yaitu etanol dan katalis MgO/CaO menghasilkan *yield* sebesar 98,8%. Kemudian Khazaai *et al* (2021) melakukan pembuatan biodiesel dengan bahan baku minyak kelapa sawit, alkohol yang digunakan adalah metanol, dan reaksi dipercepat oleh katalis CaO/SiO₂ menghasilkan *yield* sebesar 93,01%.

2.2 Minyak Kelapa Sawit

Nama latin dari tanaman kelapa sawit adalah *Elaeis guineensis*. Kelapa sawit merupakan tanaman yang berasal dari Afrika Barat, tetapi sejak akhir abad ke-20, sebagian besar tanaman kelapa sawit telah dibudidayakan di Asia Tenggara. Kelapa sawit merupakan tanaman tahunan tidak seperti sumber minyak lainnya, dan produksinya terus menerus sepanjang tahun (Ali and Tay, 2013). Indonesia merupakan negara yang memiliki potensi besar dalam industri kelapa sawit. Menurut data Badan Pusat Statistik tahun 2020 Indonesia terdaftar sebagai negara dengan produksi minyak sawit terbesar di dunia. Dimana total produksi kelapa sawit mencapai 44,80 juta ton dengan luas areal perkebunan kelapa sawit mencapai 14,46

juta Ha. Oleh karena itu, tanaman kelapa sawit memiliki potensial yang tinggi sebagai bahan baku untuk produksi biodiesel.

Bagian penghasil minyak kelapa sawit adalah inti (kernel) di dalam kacang dan mesokarp bagian luar. Kandungan asam lemak adalah perbedaan utama antara keduanya. Minyak dari mesokarp luar kaya asam palmitat dan oleat (sekitar 50% lemak jenuh) yang sangat berguna untuk produksi biodiesel, sedangkan minyak inti sawit kaya asam laurat (lebih dari 89% lemak jenuh) (Demirbaş, 2003). Di antara seluruh bahan baku yang tersedia, minyak kelapa sawit mengandung asam oleat dan asam palmitat yang paling dominan, kedua asam tersebut dikenal sebagai asam lemak terbaik untuk produksi biodiesel (Zahan and Kano, 2018). Komposisi dari minyak kelapa sawit disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit

Asam lemak	Komposisi (%)
Asam laurat (C12:0)	0,4
Asam miristat (C14:0)	0,8
Asam palmitat (C16:0)	37,3
Asam stearat (C18:0)	3,6
Asam oleat (C18:1)	45,7
Asam linoleat (C18:2)	11,1
Asam linoleat (C18:3)	0,4
Asam arakidonat (C20:0)	0,2

Sumber : (Roschat *et al.*, 2016).

Produksi biodiesel menggunakan minyak kelapa sawit memiliki beberapa keunggulan, yaitu emisi gas buang yang lebih ramah lingkungan, biodiesel dari minyak kelapa sawit tidak menghasilkan uap yang mudah meledak karena memiliki titik nyala yang lebih tinggi (Zahan and Kano, 2018). Minyak kelapa sawit dikenal sebagai bahan baku yang baik dalam pembuatan biodiesel karena sifatnya yang hampir sama dengan petrodiesel biasa sehingga dapat digunakan langsung untuk mesin diesel dengan cara mencampurkannya dengan bahan bakar petrodiesel tanpa modifikasi mesin diesel (Rathmann *et al.*, 2012).

Minyak kelapa sawit dikatakan baik jika memenuhi standar kualitas yang ditetapkan. Kualitas minyak kelapa sawit yang baik memiliki kadar air yang rendah yaitu kurang dari 0,1% dan kadar pengotor lebih kecil dari 0,01%, kandungan asam lemak bebas serendah mungkin yaitu kurang dari 2%, bilangan peroksida maks 10^{-1} , bebas dari warna kuning, hijau, merah, jernih (harus berwarna pucat) dan kandungan logam berat serendah mungkin atau bebas ion logam (SNI 7709:2012). Standar kualitas minyak kelapa sawit disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Standar kualitas minyak kelapa sawit

Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
Bau	-	Normal
Rasa	-	Normal
Warna	Merah/Kuning	Maks 5/50
Kadar air	%	0,1
Asam lemak bebas	%	0,3
Cemaran logam	-	-
Kadmium	mg/kg	Maks 0,2
Timbal	mg/kg	Maks 0,1
Merkuri	mg/kg	Maks 0,05
Arsen	mg/kg	Maks 0,1

Sumber : (SNI 7709:2012).

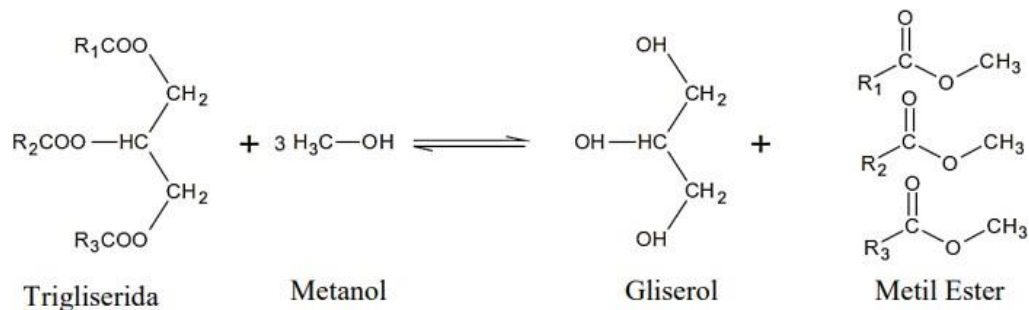
2.3 Transesterifikasi

Di antara bermacam metode yang ada, reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi adalah metode yang paling sering digunakan dalam pembuatan biodiesel.

Transesterifikasi adalah reaksi reversibel dengan menggunakan alkohol rantai pendek misalnya metanol untuk membentuk biodiesel dalam jumlah besar. Reaksi esterifikasi adalah reaksi antara asam lemak dengan alkohol membentuk suatu ester (Kouzu and Hidaka, 2012).

Menurut Noiroj *et al* (2009) transesterifikasi didefinisikan sebagai sebuah reaksi antara minyak tumbuhan atau hewan dengan alkohol menggunakan katalis untuk

membentuk *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) dan gliserol sebagai produk samping. Alkohol yang umum digunakan dalam reaksi tersebut adalah metanol dan etanol. Metanol merupakan salah satu jenis alkohol yang lebih sering digunakan dalam proses reaksi transesterifikasi dibandingkan dengan etanol. Hal ini dikarenakan metanol lebih reaktif dari etanol. Selain itu, ketersediaan metanol yang melimpah, dan memiliki nilai setana yang tinggi. Reaksi transesterifikasi antara minyak dan alkohol dengan bantuan katalis ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi transesterifikasi (Pukale *et al.*, 2015).

Secara umum, reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain waktu reaksi, suhu, katalis, pengadukan, dan perbandingan pereaksi (Sibarani dkk., 2007). Reaksi transesterifikasi dapat berjalan dalam rentang suhu kamar sampai mendekati titik didih metanol (titik didih metanol sekitar 65°C). Semakin tinggi suhu maka waktu yang dibutuhkan lebih singkat untuk menghasilkan konversi yang tinggi. Sementara semakin rendah suhu maka waktu yang dibutuhkan lebih lama untuk menghasilkan konversi yang lebih tinggi (Panchal *et al.*, 2018). Proses transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol berjalan relatif lambat sehingga dibutuhkan katalis untuk mempercepat reaksi. Katalis yang dapat ditambahkan dalam reaksi transesterifikasi dapat berupa katalis homogen atau katalis heterogen.

2.4 Katalis

Katalis merupakan zat yang dapat mempercepat reaksi tanpa mengalami perubahan kimia pada akhir reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi. Energi aktivasi adalah jumlah energi minimum yang diperlukan oleh suatu reaksi sehingga reaksi dapat berlangsung. Penurunan energi aktivasi reaksi disebabkan oleh terjadinya pembentukan alur atau mekanisme reaksi yang berbeda dari alur reaksi tanpa katalis. Secara umum, menurut fasanya katalis memiliki dua macam yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Baik katalis homogen maupun katalis heterogen terbagi menjadi 2 macam katalis yaitu katalis basa dan katalis asam. Katalis yang mempunyai fasa sama dengan reaktan disebut katalis homogen sedangkan katalis yang mempunyai fasa berbeda dengan reaktan disebut katalis heterogen. Biasanya katalis heterogen berbentuk padat (Tang *et al.*, 2018).

Dalam reaksi transesterifikasi, katalis homogen menjadi katalis yang paling umum digunakan pada proses reaksi. Katalis homogen terdiri atas katalis asam homogen dan katalis basa homogen. Baik katalis asam homogen maupun katalis basa homogen, keduanya memiliki fasa yang sama antara reaktan dengan produk. Oleh karena itu katalis homogen ini memiliki aktivitas katalitik yang lebih besar dibandingkan dengan katalis heterogen. Contoh katalis asam homogen adalah H_3PO_4 , H_2SO_4 , dan HCl . Akan tetapi, pada aplikasinya katalis asam homogen ini mempunyai beberapa kelemahan antara lain menyebabkan korosi pada reaktor, membutuhkan waktu reaksi yang lama, rasio mol alkohol terhadap minyak harus besar, dan suhu reaksi tinggi. NaOH dan KOH adalah contoh katalis basa homogen yang sering digunakan pada proses transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester. Pemakaian katalis basa homogen dapat menghasilkan limbah dalam jumlah yang tinggi. Hal ini disebabkan karena sulitnya pemisahan produk dengan reaktan. Selain itu, apabila minyak yang digunakan mengandung *Free Fatty Acid* (FFA) dalam jumlah yang tinggi, maka terjadi reaksi antara katalis dengan FFA atau asam lemak bebas membentuk sabun (Mittelbach and Remschmidt 2004).

Berdasarkan kelemahan katalis homogen tersebut, para peneliti dewasa ini mulai aktif mengembangkan penggunaan katalis heterogen. Hal ini karena katalis heterogen mempunyai fasa berbeda dengan reaktan dan produk sehingga lebih mudah dipisahkan dari produk dan memungkinkan untuk digunakan kembali, tidak bersifat korosif serta relatif lebih murah (Li *et al.*, 2014). Jenis katalis heterogen yang dapat digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah MgO, CaO, SrO dan BaO (Martinez-Guerra and Gude, 2014).

2.5 Kalsium Oksida (CaO)

CaO merupakan oksida logam dengan massa relatif sebesar 56,08 g/mol, memiliki sifat higroskopis, titik leleh 2600°C dan titik didih 2850°C, tidak larut dalam asam, struktur kristal oktahedral dan memiliki luas permukaan 0,56 m²/g. CaO biasanya digunakan sebagai katalis. CaO memiliki sisi yang bersifat basa yang telah diteliti sebagai salah satu katalis basa kuat untuk menghasilkan biodiesel. Katalis CaO juga memiliki banyak manfaat, misalnya aktivitas tinggi, kondisi reaksi rendah, umur katalis panjang, serta biaya katalis yang relatif lebih murah (Pandiangan *et al.*, 2016). CaO umumnya dibuat melalui dekomposisi termal mineral kalsit yang mengandung kalsium karbonat (CaCO₃) pada temperatur tinggi menghasilkan CaO dan karbon dioksida (CO₂) (Royani dkk., 2018). Kalsium karbonat (CaCO₃) ini dapat ditemukan dalam bahan alami salah satunya adalah batu kapur (Suprpto *et al.*, 2016).

Pandiangan *et al* (2019) telah melaporkan bahwa kandungan Ca dalam batu kapur sebesar 98%. Batu kapur merupakan batuan sedimen yang sebagian besar terdiri dari kalsit dan aragonit, keduanya terdiri dari kalsium karbonat (CaCO₃). Batu kapur juga bisa mengandung kuarsa, pasir, dan tanah liat. Adanya mineral dolomit dalam proporsi yang tinggi menunjukkan jenis batu kapur tertentu (Pinheiro *et al.*, 2019). Menurut penelitian Putra dkk (2017) batu kapur tersusun lebih dari 50% mineral kalsit (CaCO₃), dan sisanya tersusun dari mineral dolomit. CaO dapat dihasilkan dari

pemanasan kalsium karbonat (CaCO_3) pada suhu tinggi. Keberadaan kalsium karbonat yang melimpah di bumi maka dapat dimanfaatkan sebagai situs aktif katalis dalam produksi biodiesel. CaO dipilih sebagai katalis dari CaCO_3 karena kelarutannya yang rendah, mudah diperoleh dan harganya yang relatif murah. Putri dan Supriyo (2020) telah melakukan penelitian menggunakan katalis CaO dalam proses transesterifikasi minyak kelapa sawit menghasilkan yield biodiesel 89,98%.

2.6 Silika Sekam Padi

Silika sekam padi banyak dimanfaatkan untuk proses kimia, sebagai contoh untuk katalis (Pandiangan *et al.*, 2019), zeolit (Pangesti *et al.*, 2021), material komposit (Pahlepi dkk., 2013) dan adsorben (Hastuti dkk., 2021). Silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah, yakni dengan metode ekstraksi alkalis (Pandiangan *et al.*, 2016). Metode ekstraksi didasarkan pada tingginya kelarutan silika amorf dalam larutan alkalis seperti KOH, Na_2CO_3 , atau NaOH dengan konsentrasi 5% dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam, seperti asam klorida, asam sitrat, asam asetat, dan asam oksalat hingga pH mencapai 7. Silika amorf hasil ekstraksi mengandung silika sebanyak 97,86% (Pandiangan *et al.*, 2021). Menurut Suka dkk (2008) karakterisasi silika menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa silika berbentuk amorf dengan fasa kristobalit, dan karakterisasi dengan EDX menunjukkan komponen yang terkandung dalam sekam padi meliputi Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Berdasarkan hasil yang diperoleh dari proses ekstraksi sekam padi menunjukkan bahwa kadar silika yaitu mencapai 40,8%.

2.7 Sintesis Katalis dengan Metode Sol Gel

Metode preparasi yang sering digunakan pada sintesis katalis adalah metode sol gel. Proses sol gel melibatkan dua langkah yaitu pembentukan sol dan gel. Sol adalah

suspensi koloid partikel padat dalam fase cair melalui reaksi hidrolisis dan polimerisasi prekursor tertentu. Dengan kata lain, sol adalah dispersi stabil partikel koloid atau polimer dalam pelarut. Sedangkan gel adalah koloid di mana media cair menjadi cukup kental untuk berperilaku lebih atau kurang sebagai padatan. Pembentukan gel terjadi ketika sol tidak stabil. Keadaan sol yang tidak stabil ini juga dapat membentuk spesies sol sebagai partikel agregat atau sol sebagai partikel non-agregat (Brinker and Scherer, 1990).

Metode sol gel memiliki kelebihan antara lain, material yang terbentuk mempunyai homogenitas dan kemurnian yang tinggi, suhu yang digunakan relatif rendah, kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil dan porositasnya rendah atau tinggi tergantung pada perlakuan pemanasan dengan temperatur tertentu dan biaya produksi relatif murah. Selain kelebihan tersebut, metode sol gel juga mempunyai kelemahan antara lain, membutuhkan prekursor yang relatif mahal, waktu pemrosesan relatif lama, terbentuknya sisa hidroksil dan karbon, terjadi penyusutan yang besar dalam pemrosesan dan sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari keretakan pada waktu pengeringan (Elma, 2016).

2.8 Karakterisasi Katalis

Beberapa analisis dilakukan pada katalis CaO/SiO_2 . Analisis meliputi penggunaan XRD untuk mengidentifikasi fasa suatu katalis dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis, XRF untuk menentukan identifikasi unsur dan senyawa yang terkandung dalam katalis, SEM untuk mengetahui karakteristik morfologi meliputi bentuk, struktur, serta distributor pori pada permukaan bahan, komposisi dan kadar unsur yang terkandung dalam katalis dan FTIR untuk menentukan gugus fungsi dalam suatu senyawa kimia yang terdapat dalam sampel katalis.

2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

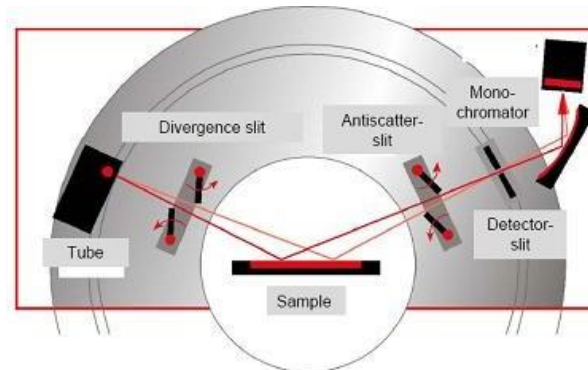
XRD adalah alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal ketika dianalisis menggunakan XRD akan menghasilkan puncak-puncak spesifik. XRD berfungsi untuk membaca struktur kristal, fase, orientasi yang disukai (tekstur), dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran rata-rata, kristalinitas, regangan, dan cacat kristal (Bunaciu *et al.*, 2015).

Prinsip XRD adalah kristal katalis memantulkan sinar-X yang ditransmisikan dari sumber dan diterima oleh detektor. Dengan melakukan sudut datangnya sinar-X, lokasi spesifik secara langsung berhubungan dengan jarak kisi kristal yang dianalisis. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi dari 2θ , yang mewakili sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg Richardson (1989). Interpretasi persamaan Hukum Bragg (Persamaan 1) didasarkan pada asumsi bahwa permukaan tempat sinar-X dipantulkan adalah datar.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

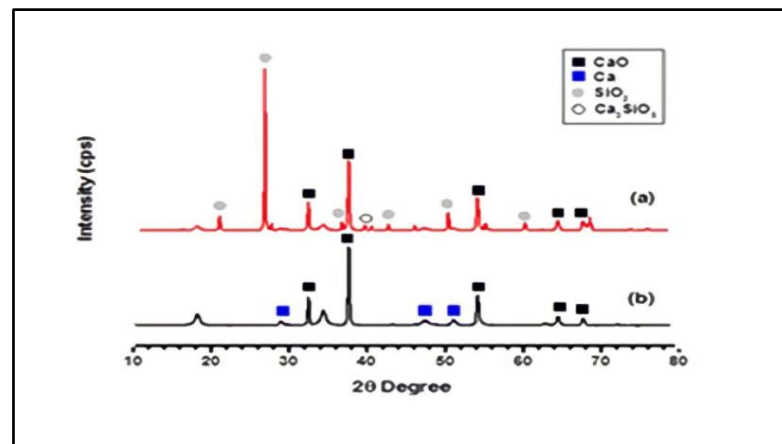
Berdasarkan persamaan diatas d adalah jarak antara bidang kristal, λ adalah panjang gelombang sinar X, n adalah orde difraksi dan θ merupakan sudut difraksi. Hukum ini menghubungkan panjang gelombang radiasi elektromagnetik dengan sudut difraksi dan jarak kisi di dalam kristal. Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi memiliki panjang gelombang berkisar antara 0,5 sampai 2,5 Angstrom. Ketika berkas sinar X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Sinar-X yang terdifraksi ini kemudian dideteksi, diproses dan dihitung. Dengan memindai sampel pada rentang sudut 2θ , semua kemungkinan arah difraksi kisi harus dicapai karena orientasi acak dari bahan bubuk. Konversi puncak difraksi ke jarak- d memungkinkan identifikasi senyawa karena setiap senyawa memiliki himpunan jarak- d yang unik. Biasanya, ini dicapai dengan perbandingan jarak- d dengan pola referensi standar.

Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD (Bunaciu *et al.*, 2015).

Contoh difraktogram XRD dari penelitian Khazaai *et al* (2021) yang menggunakan CaO/SiO_2 sebagai katalis pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram katalis (a) CaO/SiO_2 (b) CaO terkalsinasi (Khazaai *et al.*, 2021).

Pola difraktogram pada Gambar 3 pembentukan CaO pada puncak difraksi 2θ $32,484^\circ$, $37,635^\circ$, $54,109^\circ$, $64,404^\circ$, dan $67,644^\circ$ masing masing seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3(a) sementara pada puncak difraksi $21,128^\circ$, $26,921^\circ$, $36,787^\circ$, $42,777^\circ$, $50,946^\circ$, dan $55,542^\circ$ menunjukkan adanya komposisi SiO dengan fase kuarsa karena pada penelitian ini menggunakan silika yang berasal dari pasir kuarsa. Selain itu puncak-puncak tersebut juga mengkonfirmasi bahwa CaO/SiO_2 telah terbentuk. Mengacu pada Gambar 3(b) tidak ada puncak kalsium karbonat

(CaCO₃) karena CaCO₃ yang berasal dari kulit telur telah terkalsinasi dan diubah menjadi CaO. Sementara itu puncak-puncak kecil pada rentang sudut 2θ dari CaO dan SiO₂ menunjukkan bahwa senyawa menyebar dengan baik pada permukaan penyangga katalis (Khazaai *et al.*, 2021).

2.8.2 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan metode analisis untuk menentukan komposisi kimia dari semua jenis material. Material bisa dalam bentuk padatan, cairan, bubuk maupun bentuk lainnya. XRF merupakan metode untuk mengukur ketebalan lapisan dan untuk menganalisis bahan. XRF dapat digunakan untuk penentuan kualitatif dan kuantitatif komposisi unsur sampel material serta untuk mengukur pelapis dan sistem pelapisan. XRF umumnya digunakan untuk menganalisis unsur-unsur dalam mineral atau batuan. Analisis XRF dilakukan berdasarkan hasil sinar-X yang terjadi efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target dalam sampel terkena sinar berenergi tinggi (Kriswarini dan Anggraini, 2011). Tabel 3 menunjukkan hasil pengukuran katalis CaO/SiO₂ dengan XRF yang dilakukan oleh Haryono dkk (2020). Pada penelitian CaO/SiO₂ berasal dari cangkang telur dan sekam padi yang digunakan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel dari minyak kemiri.

Tabel 3. Komposisi oksida logam CaO/SiO₂ hasil XRF

Oksida logam	Komposisi (%)
CaO	95,5
SiO ₂	2,35
MgO	1,18
Fe ₂ O ₃	0,0262
Al ₂ O ₃	0,335
CuO	0,0073
K ₂ O	0,152
SO ₃	0,146
P ₂ O ₅	0,297

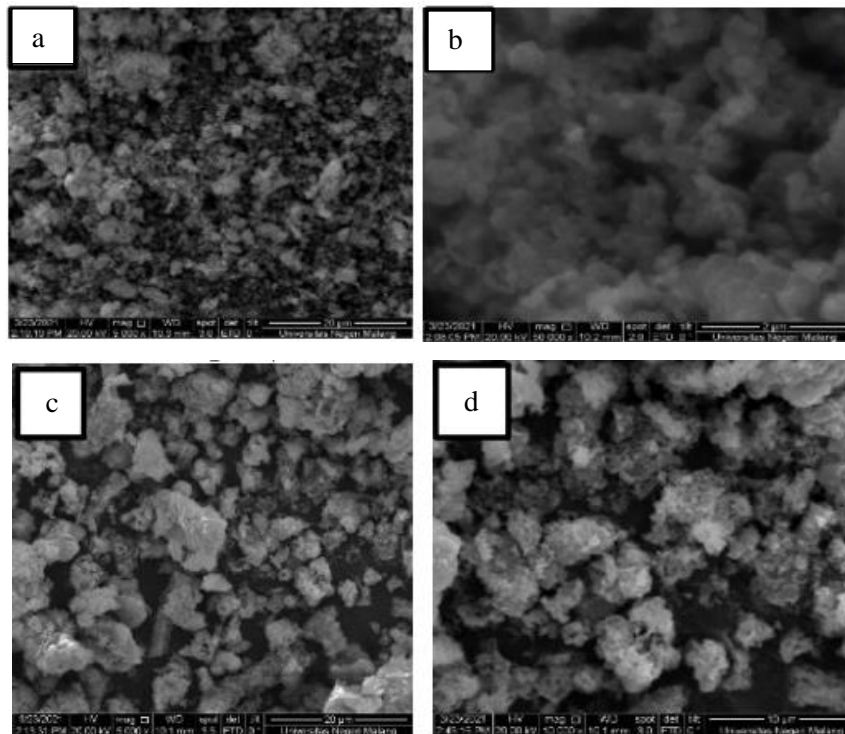
Sumber : (Haryono dkk., 2020).

Seperti yang terlihat pada Tabel 3 bahwa tahap impregnasi CaO ke permukaan penyangga berupa SiO₂ pada penyiapan katalis CaO/SiO₂ dihasilkan katalis dengan kadar CaO dan SiO₂ secara berturut-turut sebesar 95,5% dan 2,35%. Nilai kadar CaO dan SiO₂ pada katalis tersebut dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti kemurnian prekursor CaO dan SiO₂, rasio antar prekursor yang digunakan, tingkat keberhasilan tahap pelarutan CaO, dan tingkat keberhasilan tahap impregnasi (Haryono dkk., 2020).

2.8.3 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

SEM merupakan mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk membentuk gambar permukaan suatu material. SEM menghasilkan gambar dengan memindai sampel dengan berkas elektron berenergi tinggi. Saat elektron berinteraksi dengan sampel, mereka menghasilkan elektron sekunder, elektron hamburan balik, dan sinar-X karakteristik. Sinyal-sinyal ini dikumpulkan oleh satu atau lebih detektor untuk membentuk gambar yang kemudian ditampilkan di layar komputer. Ketika berkas elektron mengenai permukaan sampel maka elektron tersebut menembus sampel hingga kedalaman beberapa mikron, tergantung pada tegangan percepatan dan kerapatan sampel. Banyak sinyal seperti elektron sekunder dan sinar-X dihasilkan sebagai hasil dari interaksi ini di dalam sampel. Resolusi maksimum yang diperoleh dalam SEM tergantung pada beberapa faktor seperti ukuran tempat elektron dan volume interaksi berkas elektron dengan sampel (Masta, 2020).

Gambar 4 merupakan contoh SEM SiO₂ dan CaO/SiO₂ yang dilakukan oleh Ndak dkk (2021). Komposisi SiO₂ yang dipersiapkan divariasikan sebesar 40% dari berat CaO.



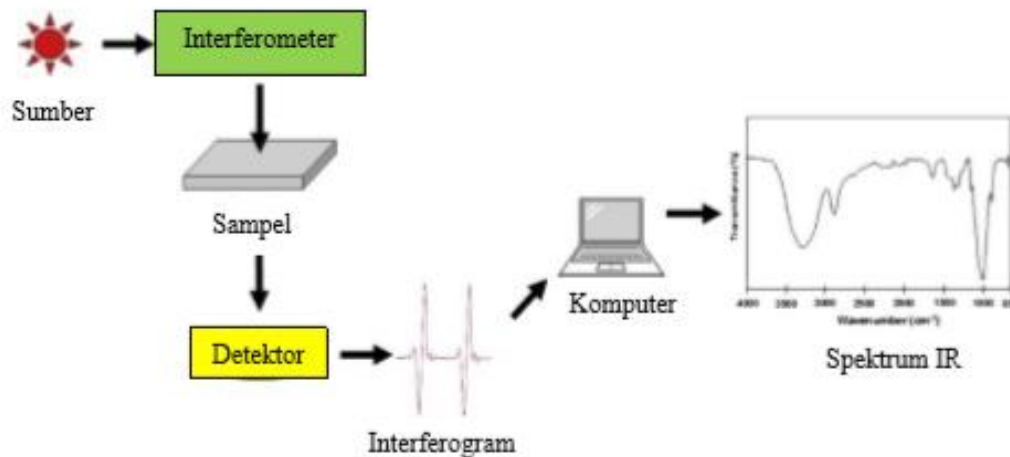
Gambar 4. Morfologi SEM SiO₂ (a) 5000x (b) 10.000x dan CaO/SiO₂ 40% (c) 5.000x (d) 10.000x (Ndak dkk., 2021).

Gambar 4(a) dan 4(b) menunjukkan SiO₂ memiliki partikel yang tersebar tidak merata dengan ukuran kecil dan permukaan yang halus. Sedangkan pada katalis CaO/SiO₂ Gambar 4(c) dan 4(d) memiliki partikel yang tersebar tidak merata dengan ukuran besar dan permukaan yang lebih kasar. Selain itu, adanya oksida logam CaO yang menempel pada permukaan SiO₂ yang tidak dapat terdispersi dengan baik, menyebabkan terbentuknya gumpalan pada permukaan katalis (Ndak dkk., 2021).

2.8.4 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektrofotometer IR adalah suatu alat yang digunakan untuk menentukan gugus fungsional dalam sampel dengan kemungkinan terjadinya ikatan molekul antara senyawa kimia pada sampel. Posisi pita serapan IR dalam spektrum sebagai bilangan gelombang dapat digunakan untuk mengidentifikasi berbagai komponen kimia (misalnya, amida aromatik) yang mungkin tidak dapat dideteksi dalam fotoelektron

sinar-X spektrum spektroskopi. Umumnya, spektroskopi IR berlaku untuk berbagai bahan dan kondisi serta dapat dimanfaatkan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Gambar 5 menunjukkan skema komponen utama dari spektrofotometer FTIR sederhana (Mohamed *et al.*, 2017).

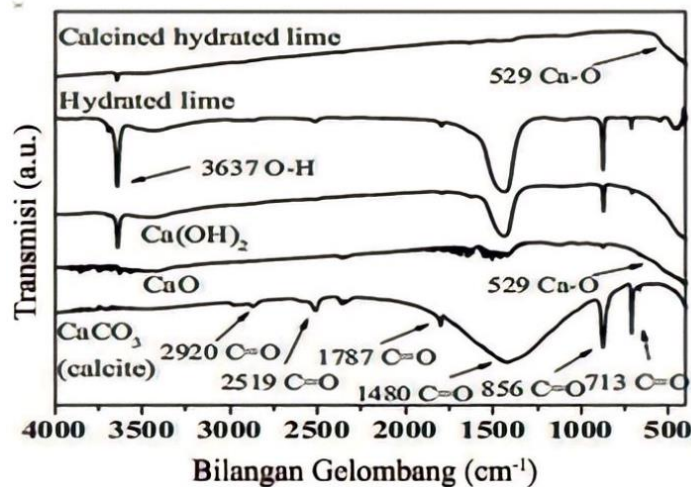


Gambar 5. Skema komponen utama spektrofotometer IR (Mohamed *et al.*, 2017).

Apabila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat energi tereksitasi (*excited state*). Pada dasarnya spektrum IR yang diperoleh dari spektrometer FTIR terletak pada daerah IR tengah 2.5-15 μm antara 4000 dan 666 cm^{-1} . Energi transisi yang sesuai dengan perubahan keadaan energi vibrasi untuk banyak gugus fungsi terletak di wilayah IR tengah (4000-400 cm^{-1}) dan karenanya penampilan pita serapan di wilayah ini dapat digunakan untuk menentukan apakah kelompok fungsional tertentu ada dalam molekul (Mohamed *et al.*, 2017).

Roschat *et al* (2016) menggunakan karakterisasi FTIR pada penelitiannya dengan mengkalsinasi CaO dari batu kapur lalu dikarakterisasi menggunakan FTIR. Pada penelitian beliau menunjukkan bahwa pita peregangan CaO pada panjang gelombang 529 cm^{-1} kemudian peregangan hidroksil pada panjang gelombang 3637 cm^{-1} . Hal ini

menunjukkan bahwa CaCO_3 dan Ca(OH)_2 berubah menjadi CaO ketika dikalsinasi menggunakan suhu tinggi yaitu dengan suhu 800°C selama 3 jam. Contoh gambar dari hasil FTIR ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Spektrum FTIR dari CaO (Roschat *et al.*, 2016).

2.9 Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dikarakterisasi lebih lanjut untuk mendapatkan data mengenai karakteristik biodiesel, yakni dengan analisis *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS) dan uji kualitas biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015.

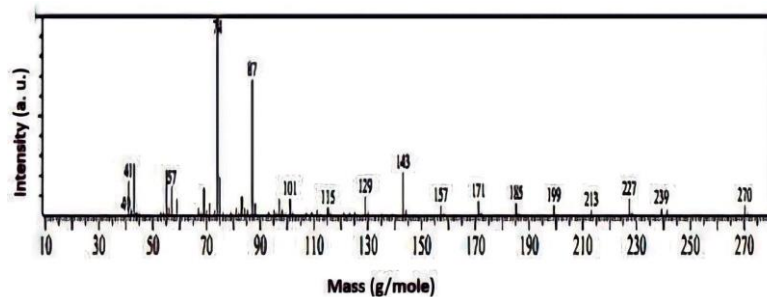
2.9.1 Analisis *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS)

Kromatografi gas spektrometri massa merupakan metode pemisahan senyawa-senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa, yaitu kromatografi gas (GC) dan spektrometri massa (MS). Kromatografi gas adalah salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen penyusunnya yang menggunakan gas sebagai fasa gerak, sedangkan spektroskopi massa adalah suatu

metode yang berguna untuk menjelaskan atau menganalisis struktur molekul senyawa biologis atau analit (Hadi and Hameed, 2017).

Prinsip kerja dari gas kromatografi spektrometri massa adalah spektrometri massa pembawa yang bertindak sebagai fase gerak diatur menggunakan tekanan tertentu kemudian dialirkan secara terus-menerus melalui kolom yang berisi fase diam. Kemudian sampel biodiesel disuntikkan ke dalam injektor. Komponen dalam sampel akan diuapkan dan dibawa oleh aliran gas pembawa ke kolom. Komponen-komponen tersebut akan diadsorpsi oleh fasa diam pada kolom kemudian akan merambat pada kecepatan yang berbeda sehingga terjadi pemisahan. Komponen akan dipisahkan dan menuju ke detektor yang menghasilkan sinyal listrik yang kemudian oleh recorder dituliskan dalam bentuk kromatogram berupa puncak (peak) (Hassan *et al.*, 2016).

Hasil kromatogram GC-MS metil ester proses transesterifikasi minyak kelapa sawit dikutip dari penelitian Santoso *et al* (2019) yang melakukan karakterisasi komponen metil ester biodiesel yang diproses dari limbah CPO. Berdasarkan hasil spektrum MS menunjukkan komponen metil palmitat, metil linoleate, metil oleat, dan metil stearate. Contoh spektrum hasil MS untuk metil palmitat disajikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Spektrum massa metil palmitat (Santoso *et al.*, 2019).

Spektrum massa pada Gambar 7 kemudian dibandingkan dengan spektral massa yang terdaftar di perpustakaan *WILEY 8.LIB* kemudian dianalisis dengan dugaan pola fragmentasi dan senyawanya adalah metil palmitat atau metil heksadekanoat. Oleh karena itu, pola spektral analisis GC-MS dari puncak kromatogram selain itu akan ditentukan oleh konstituen metil ester minyak sawit. Persentase dari metil ester yang

dihasilkan setara dengan luas kromatogram. Hasil dari waktu retensi dan luas kromatogram diringkas dalam Tabel 4. Tabel 4 menunjukkan bahwa komponen metil ester tertinggi yang dihasilkan dari transesterifikasi minyak kelapa sawit adalah metil palmitat sebesar 49,64% dan metil oleat sebesar 40,90%. Hal ini sesuai dengan literatur yang menyatakan bahwa kandungan asam lemak minyak sawit tertinggi adalah asam palmitat dan asam oleat.

Tabel 4. Komponen senyawa yang terkandung dalam produk hasil transesterifikasi minyak kelapa sawit

Peak	Waktu retensi (menit)	Komponen senyawa	Komponen (%)
1	28,199	Metil palmitat	49,64
2	34,733	Metil linoleate	5,52
3	34,923	Metil oleat	40,90
4	35,693	Metil stearate	2,14

Sumber : (Santoso *et al.*, 2019).

2.9.2 Uji Kualitas Biodiesel

Biodiesel didefinisikan sebagai alkil ester asam lemak yang berasal dari minyak nabati. Biodiesel harus memenuhi standar kualitas sebelum digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Standar kualitas biodiesel yang mengacu pada Standar Nasional Indonesia nomor 7182:2015. Syarat mutu biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015 dapat dilihat pada Lampiran 1.

2.9.2.1 Densitas

Densitas merupakan pengukuran massa setiap satuan volume benda yang bersifat tetap. Semakin tinggi massa jenis suatu benda, maka semakin besar pula massa setiap volumenya. Prinsip dan penentuan densitas biodiesel adalah perbandingan massa contoh tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Berdasarkan SNI 7182:2015 massa jenis standar biodiesel sebesar

850-890 kg/m³. Pada penelitian sebelumnya (Putri dan Supriyo, 2020; Santoso *et al.*, 2019) dengan menggunakan katalis yang berbeda telah melaporkan nilai densitas untuk biodiesel dari minyak kelapa sawit berturut-turut sebesar 838 kg/m³ dan 890 kg/m³ yang telah memenuhi standar SNI 7182:2015.

2.9.2.2 Viskositas

Viskositas merupakan salah satu sifat fisik cairan yang menyatakan ukuran kekentalan cairan dan besar kecilnya gesekan dalam cairan. Semakin tinggi viskositas maka semakin kental zat cair tersebut sehingga semakin sukar untuk mengalir (Wardan dan Zainal, 2003). Pada dasarnya, bahan bakar harus memiliki viskositas yang relatif rendah agar mudah mengalir dan teratomisasi (Ajiwe *et al.*, 2003). Biodiesel pada umumnya memiliki rentang viskositas antara 2,3- 6,0 mm²/s berdasarkan SNI Pada penelitian sebelumnya (Putri dan Supriyo, 2020; Santoso *et al.*, 2019) telah melaporkan juga nilai viskositas untuk biodiesel minyak kelapa sawit berturut-turut sebesar 4,01 cSt dan 4,33 cSt telah memenuhi standar SNI 7182:2015.

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret 2022 hingga Oktober 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik / Fisik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi dan analisis dilakukan di beberapa tempat institusi yakni XRD (Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Bandung), XRF (Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Negeri Padang), 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 adalah neraca analitik, indikator universal, oven, corong pisah, satu set alat refluks, hotplate, cawan porselin, ayakan 300 mesh, spatula, batang pengaduk, gelas beker, gelas ukur, erlenmeyer, spinbar, piknometer dan termometer.

Karakterisasi dilakukan dengan 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 juga dilakukan untuk penetapan beberapa parameter fisik biodiesel sesuai SNI 7182:2015.

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

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Sekam Padi

Preparasi sekam padi dilakukan dengan membersihkan sampel sekam padi dari pengotor, sekam padi dicuci menggunakan air secara berulang sehingga senyawa organik dari sisa pertanian yang larut dengan air terbuang bersama kotoran pada sekam padi dan juga untuk memisahkan sekam padi yang mengandung banyak silika dengan yang mengandung sedikit silika (sekam padi yang tenggelam diambil karena mengandung banyak silika sedangkan sekam padi yang mengapung dibuang karena mengandung sedikit silika). Kemudian sekam padi yang telah bersih lalu dijemur dibawah sinar matahari hingga kering sebelum diekstraksi.

3.3.2 Ekstraksi Silika Sekam Padi

Ekstraksi silika sekam padi dilakukan dengan metoda sol-gel (Simanjuntak *et al.*, 2016). Sebanyak 50 gr sekam padi direndam dalam 500 mL larutan NaOH 1,5%, kemudian campuran tersebut dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit sambil terus diaduk untuk menghilangkan pengotor, kemudian dibiarkan dingin hingga suhu kamar. Sekam padi hasil ekstraksi kemudian disaring untuk memisahkan sekam padi dengan filtrat yang mengandung silika (sol silika). Filtrat tersebut selanjutnya ditambahkan larutan HNO₃ 10% secara perlahan hingga sol silika berubah menjadi gel silika pada pH netral (7,0). Gel silika yang terbentuk didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Setelah itu, gel dicuci dengan air panas sambil disaring menggunakan saringan 200 mesh hingga bersih dan putih. Kemudian, gel silika yang

diperoleh dari perlakuan ini selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C untuk menghilangkan air, kemudian didinginkan dan dihaluskan dengan saringan 300 mesh.

3.3.3 Sintesis Katalis CaO/SiO₂ dengan Metode Sol Gel

Sintesis katalis CaO/SiO₂ dengan perbandingan komposisi massa 1:3 dilakukan dengan teknik sol gel. Katalis CaO/SiO₂ disintesis menggunakan batu kapur sebagai sumber CaO dan SiO₂ dari hasil ekstraksi sekam padi. CaO yang digunakan dalam penelitian ini bersumber dari batu kapur yang berasal dari Halaban, Sumatera Barat yang memiliki kandungan Ca sebesar 98% (Pandiangan *et al.*, 2019). Tahap pertama yaitu pembuatan CaO dimulai dengan proses penghalusan batu kapur dengan cara digerus menggunakan mortar dan alu kemudian disaring menggunakan saringan 300 mesh hingga diperoleh bubuk CaCO₃. Selanjutnya batu kapur (CaCO₃) dikalsinasi pada suhu 600°C selama 6 jam untuk menghilangkan kadar CO₂ dan CaCO₃ dapat terdekomposisi menjadi CaO. CaO yang telah terbentuk selanjutnya ditimbang sebanyak 6,67 gram kemudian dilarutkan ke dalam HNO₃ pekat. Tahap selanjutnya yaitu pembuatan sol silika, sebanyak 20 gram silika kering hasil ekstraksi dilarutkan ke dalam 600 mL larutan NaOH 1,5% kemudian larutan diaduk dengan pengaduk magnetik sampai terbentuk sol silika.

Selanjutnya proses sintesis katalis CaO/SiO₂ dilakukan dengan mencampurkan CaO yang telah dilarutkan HNO₃ pekat ke dalam sol silika. Campuran tersebut diaduk menggunakan 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 di dalam gel. CaO/SiO₂ kering kemudian dihaluskan dan selanjutnya dikalsinasi selama 6 jam pada suhu bervariasi 500, 600, 700, 800 dan 900°C.

3.3.4 Kalsinasi Katalis

Proses kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace* yang dapat disesuaikan dengan perlakuan yang diinginkan. Kalsinasi katalis CaO/SiO₂ yang berbentuk bubuk dilakukan pada variasi suhu 500, 600, 700, 800, dan 900°C dan ditahan selama 6 jam. Fungsi dilakukan kalsinasi adalah untuk memperluas pori-pori katalis serta menghilangkan zat-zat yang tidak berguna pada katalis. Sampel dipanaskan dari suhu ruang hingga mencapai suhu yang diinginkan dengan kenaikan suhu 10°C/menit. Setelah mencapai suhu yang diinginkan (500, 600, 700, 800 dan 900°) suhu ditahan selama 6 jam.

3.3.5 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis CaO/SiO₂ dilakukan menggunakan XRD untuk menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristalografi sampel katalis, XRF untuk mengidentifikasi unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam katalis, SEM untuk mengetahui morfologi permukaan sampel katalis, dan FTIR untuk mengetahui identifikasi gugus fungsi senyawa yang terkandung dalam sampel katalis menggunakan sinar radiasi inframerah.

3.3.6 Preparasi Minyak Kelapa Sawit

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

3.3.7 Uji Aktivitas Katalis Pada Reaksi Transesterifikasi

Untuk mengevaluasi aktivitas katalitik CaO/SiO₂ dilakukan serangkaian percobaan transesterifikasi menggunakan metode yang telah digunakan sebelumnya yaitu metode refluks (Kouzu and Hidaka, 2012; Moradi *et al.*, 2014). Untuk pelaksanaannya, minyak kelapa 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 kelapa sawit, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi.

3.3.7.1 Pengaruh nisbah metanol terhadap minyak

Pada penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan volume metanol terhadap minyak yakni 75, 125, 150, 200 dan 250 mL, sedangkan volume minyak sebagai variabel tetap yakni digunakan sebanyak 25 mL. Ke dalam campuran kemudian ditambahkan katalis dengan jumlah katalis sebesar 10% dari berat minyak. Pada uji reaksi transesterifikasi, minyak kelapa sawit, metanol, katalis, dan pengaduk magnet dimasukkan ke dalam labu didih 300 mL kemudian direfluks selama 6 jam pada suhu 70°C. Penentuan nisbah metanol terhadap minyak yang menghasilkan persentase konversi terbesar kemudian digunakan pada percobaan berikutnya yaitu penentuan jumlah katalis optimum.

3.3.7.2 Pengaruh jumlah katalis

Pada penelitian ini jumlah katalis divariasikan menjadi 10, 15 dan 20% dari berat minyak (25 mL). Jumlah katalis ini masing-masing ditambahkan ke dalam campuran metanol dan minyak dengan nisbah metanol terhadap minyak dalam kondisi optimum yang didapatkan dari percobaan sebelumnya. Kemudian direfluks dan dilakukan pengadukan pada suhu 70°C selama 6 jam. Jumlah katalis yang menghasilkan persentase konversi terbesar digunakan pada percobaan berikutnya, yaitu penentuan waktu reaksi optimum.

3.3.7.3 Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi

Penelitian ini dilakukan menggunakan kondisi optimum yang telah diperoleh dari percobaan sebelumnya yaitu nisbah metanol terhadap minyak dan jumlah katalis. Percobaan dilakukan dengan variasi waktu transesterifikasi yakni, 6, 8, dan 10 jam. Waktu reaksi yang menghasilkan persentase konversi minyak terbesar merupakan waktu optimum.

3.3.8 Karakterisasi Biodiesel

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dikarakterisasi lebih lanjut untuk mendapatkan data mengenai karakteristik biodiesel, yakni dengan analisis *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS) dan uji kualitas biodiesel meliputi penentuan densitas dan viskositas berdasarkan SNI 7182:2015.

3.3.8.1 Analisis *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS)

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dianalisis dengan menggunakan 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

Untuk mengevaluasi kesesuaian produk sebagai biodiesel, analisis kualitas biodiesel dilakukan terhadap beberapa parameter fisik yakni penentuan densitas dan viskositas biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015.

a. Densitas

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 penentuan densitas biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Piknometer kosong dikeringkan dalam oven lalu ditimbang terlebih dahulu.
2. Lalu piknometer diisi dengan aquades suhu 20°C kemudian disimpan dalam *water bath* pada suhu 25°C selama 30 menit.
3. Piknometer kemudian diangkat, dikeringkan, dan ditimbang (berat aquades diperoleh dari selisih berat piknometer berisi aquades dan berat piknometer kosong).
4. Pada tahap selanjutnya sampel minyak didinginkan sampai suhu 20°C.
5. Kemudian minyak dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap dan tidak terbentuk gelembung udara.
6. Bagian luar piknometer dikeringkan dan piknometer di tempatkan 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 selisih berat piknometer berisi sampel dan berat piknometer kosong).

Densitas dihitung dengan Persamaan 2.

$$\rho_{\text{sampel}} = \frac{m_{\text{sampel}}}{m_{\text{air}}} \times \rho_{\text{air}} \quad (2)$$

Keterangan :

ρ = densitas (kg/m^3).

m = massa (g).

b. Viskositas

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

1. Sampel disaring dengan filter berukuran $75 \mu\text{m}$.
2. Viskometer diisi dengan contoh lalu diletakkan di dalam bak (suhu bak viskometer dinaikkan pada $15\text{-}100^\circ\text{C}$ 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 miniskus untuk melewati dari sasaran pertama (a) menuju sasaran kedua (b)).
5. Pengukuran dilakukan tiga kali.

Nilai viskositas dengan viskometer Ostwald dapat dihitung menggunakan persamaan viskositas dinamis (Persamaan 3).

$$\eta = \eta_0 \frac{t \times \rho}{t_0 \times \rho_0} \quad (3)$$

Keterangan :

η = viskositas sampel (cP).

η_0 = viskositas air.

t = waktu aliran cairan sampel.

t_0 = waktu aliran cairan pembanding.

ρ = massa jenis cairan sampel.

ρ_0 = massa jenis cairan pembanding.

Selanjutnya, untuk mengubah satuan sentiPoise (cP) ke satuan sentiStokes (cSt), dapat dihitung menggunakan Persamaan 4.

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (4)$$

Keterangan :

ν = viskositas kinematik (cSt).

μ = viskositas dinamik (cP).

ρ = rapat massa (g/cm^3).

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

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

1. Katalis CaO/SiO_2 berhasil disintesis dari batu kapur dan silika sekam padi menggunakan metode sol gel.
2. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa fasa kristalin yang paling tinggi terdapat pada katalis CaO/SiO_2 800°C .
3. Hasil karakterisasi menggunakan XRF menunjukkan komposisi yang didominasi oleh oksida logam CaO dan SiO_2 berturut turut adalah 58,701% dan 34,448%.
4. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan morfologi permukaan katalis CaO/SiO_2 800°C yang tidak merata dan membentuk granula.
5. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi yang sesuai dengan Si-O-Ca, Si-O-Si, dan O-H.
6. Hasil uji aktivitas katalitik CaO/SiO_2 1:3 suhu kalsinasi 800°C diperoleh kondisi optimum untuk nisbah metanol terhadap minyak pada reaksi transesterifikasi yaitu 8:1, jumlah katalis 20% dari berat minyak, waktu reaksi 10 jam dengan jumlah minyak yang terkonversi sebesar 74%.
7. Hasil analisis biodiesel menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa asam lemak yang terkandung dalam biodiesel tidak terbentuk seluruhnya menjadi metil ester.
8. Hasil karakterisasi parameter fisik biodiesel menunjukkan bahwa produk belum memenuhi persyaratan densitas dan viskositas berdasarkan SNI 7182:2015.

5.2 Saran

Untuk memperbaiki dan mengembangkan penelitian selanjutnya, maka disarankan agar perlu dilakukan *pre-treatment* minyak kelapa sawit sebelum masuk kepada tahap proses transesterifikasi untuk menurunkan kadar asam lemak bebas yang akan menghambat pembentukan biodiesel.

DAFTAR PUSTAKA

- Abukhadra, M. R., Mohamed, A. S., El-Sherbeeney, A. M., Soliman, A. T. A., and Abd Elgawad, A. E. E. 2020. Sonication Induced Transesterification of Castor Oil Into Biodiesel in The Presence of MgO/CaO Nanorods as a Novel Basic Catalyst: Characterization and Optimization. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 154: 1-32.
- Adams, L. A., Essien, E. R., and Kaufmann, E. E. 2018. A New Route to Sol-Gel Crystalline Wollastonite Bioceramic. *Journal of Asian Ceramic Societies*. 6(2): 132–138.
- 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.
- Ajiwe, V. I. E., Ajibola, V. O., and Martins, C. M. A.O. 2003. Biodiesel Fuels From Palm Oil, Palm Oil Methylene Ester and Ester-Diesel Blends. *Bulletin of Chemical Society of Ethiopia*. 17(1): 19-26.
- Ali, E. N., and Tay, C. I. 2013. Characterization Of Biodiesel Produced From Palm Oil via Base Catalyzed Transesterification. *Procedia Engineering*. 53: 7–12.
- Annisa, S., Rachim, G., Raya, I., and Zakir, M. 2017. Modification of CaO Catalyst to Produce Biodiesel From Waste Cooking Oil. *Indonesian Journal of Chemical Research*. 5(1): 459–464.
- Arita, S., Dara, M. B., dan Irawan, J. 2008. Pembuatan Metil Ester Asam Lemak dari CPO Off Grade dengan Metode Esterifikasi-Transesterifikasi. *Jurnal Teknik Kimia*. 15(2): 34–43.

- Aziz, I., Nurbayti, S., dan Ulum, B. 2011. Esterifikasi Asam Lemak Bebas Dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Kimia Valensi*. 2(2): 384–388.
- Badan Pusat Statistik. 2021. *Luas Panen, Produksi, dan Produktivitas Padi Menurut Provinsi 2019-2021*. Jakarta.
- Badan Pusat Statistik. 2021. *Impor Minyak Bumi dan Hasil-Hasilnya Menurut Negara Asal Utama, 2017-2021*. Jakarta.
- Badan Standarisasi Nasional. 2015. *SNI 7182:2015 Standar Mutu Biodiesel*. Jakarta.
- Boonphayak, P., Khansumled, S., and Yatonchai, C. 2021. Synthesis of CaO-SiO₂ Catalyst From Lime Mud and Kaolin Residue For Biodiesel Production. *Materials Letters*. 283(2021): 128759.
- Brinker, C. J. and Scherer, G. W. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press, Inc.
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, and Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*. 45(4): 289–299.
- Chen, G., Shan, R., Li, S., Shi, J., 2015, A Biomimetic Silicification Approach To Synthesize CaO–SiO₂ Catalyst For The Transesterification Of Palm Oil Into Biodiesel, *Fuel*, 153: 48-55.
- Chen, Y., Li, J., & Li, J. 2018. Effect of Metal Oxide Additives on the Structure and Catalytic Properties of CaO/SiO₂ Catalyst for Methane Combustion. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 65(4): 553-558.
- Daulay, H. A., Masthura, dan Pratiwi, A. 2022. Analisis Pengaruh Variasi Suhu Pembakaran Terhadap Mikrostruktur Dan Kandungan Silika Abu Kulit Kako (*Theobroma Cacao*) dengan Metode SEM Dan XRD. *Jurnal Fisika dan Terapannya*. 9(2): 123-132.
- 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.

- Donuata, G. O., Serangmo, F. K. Y., dan Gauru, I. 2019. Pembuatan Bioetanol Skala Laboratorium Sebagai Bahan Bakar Alternatif Untuk Pengembangan Energi Terbarukan Dari Bahan Baku Serbuk Kulit Pisang Kepok (*Musa Paradisiaca* Formatypica). *JTM-Jurnal Teknik Mesin*. 2(2): 47–52.
- Eka Putri, P. C., dan Supriyo, E. 2020. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit menggunakan Katalis Kalsium Oksida (CaO) menjadi Biodiesel. *Metana*. 16(2): 75–80.
- Elma, M. 2016. *Proses Sol Gel: Analisis, Fundamental dan Aplikasi* (1st ed.). Lambung Mangkurat University Press.
- Ernawati, L., Yusariarta, A. W., Alviany, R., and Halim, A. 2022. Effect of CaO/SiO₂ Compositions on The Structure Formation of Mesoporous Calcium Silicate (CaSiO₃) Composite Particles as Adsorbent for Organic Dye Removal. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 963(1): 1-10.
- Falaah, A. F., Cifriadi, A., dan Kumoro, A. C. 2016. Produksi Silika Amorf dari Sekam Padi Untuk Filler Barang Jadi Karet Menggunakan Fluidized Bed Combustor. *Warta Perkaretan*. 35(1): 77-88.
- Hadi, M. Y., and Hameed, I. H. 2017. Uses of Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) Technique for Analysis of Bioactive Chemical Compounds of *Lepidium sativum* : A Review . *Research Journal of Pharmacy and Technology*. 10(11): 4039.
- Haryono, Natanael, C., Rukiah, dan Yulianti Y.B. (2018). Kalsium Oksida Mikropartikel dari Cangkang Telur sebagai Katalis pada Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 08(01): 8-15.
- Haryono, H., Yuliyati, Y. B., Noviyanti, A. R., Rizal, M., dan Nurjanah, S. 2020. Karakterisas Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan dengan Katalis Heterogen Silika Terimpregnasi Kalsium Oksida (CaO/SiO₂). *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 38(1): 10–20.
- Hassan, W., Rehman, S., Noreen, H., Gul, S., Neelofar, and Ali, N. 2016. Gas Chromatography Mass Spectrometric (GCMS) Analysis of Essential Oils of Medicinal Plants. *Advances in Animal and Veterinary Sciences*. 4(8): 420–437.

- Hastuti, S., Utomo, I. T., Martini, T., Pranoto, P., Purnawan, C., Masykur, A., dan Wibowo, A. H. 2021. Pemanfaatan Abu Sekam Padi sebagai Sumber Silika untuk Pembuatan Adsorben Ion Logam Cd(II) melalui Teknik Imprinted Ionic. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 17(1): 113.
- Imaduddin, M., Wijaya, K., dan Tahir, I. 2008. Ekstraksi Kalium dari Abu Tandan Kosong Sawit sebagai Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 3(1-3): 14–20.
- Insani S, M. P., dan Rahmatsyah. 2021. Analisis Pola Struktur Kalsium Karbonat (CaCO_3) pada Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa*) di Bukit Kerang Kabupaten Aceh Tamiang. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. 09(01): 23-32.
- Kementrian ESDM. 2020. *Pemerintah Serious Capai Target Pemanfaatan Biofuel, Dampaknya Luar Biasa*. Direktorat Jenderal Energi Baru, Terbarukan dan Konversi Energi Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral. Jakarta.
- 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.
- Khazaai, S. N. M., Yiting, S., Mohd, M. H., Ibrahim, M. L., and Maniam, G. P. 2021. Application of Waste Catalyst, CaO-SiO_2 in The Transesterification of Palm Oil. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. 25(3): 490–497.
- Kim, B., Im, H., and Lee, J. W. 2015. In Situ Transesterification of Highly Wet Microalgae Using Hydrochloric Acid. *Bioresource Technology*. 185: 421–425.
- Kouzu, M., and Hidaka, J. S. 2012. Transesterification of Vegetable Oil into Biodiesel Catalyzed by CaO : A review. *Fuel*. 93: 1–12.
- Kriswarini, R., dan Anggraini, D. 2011. Validasi Metode Pengukuran Isotop ^{137}Cs Menggunakan Spektrometer Gamma. *Seminar Nasional*. 328–333.
- Li, L., Yi, N., Wang, X., Lin, X., Zeng, T., and Qiu, T. 2018. Novel Triazolium-Based Ionic Liquids as Effective Catalysts for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Journal of Molecular Liquids*. 249: 732–738.

- Li, M., Zheng, Y., Chen, Y., and Zhu, X. 2014. Biodiesel Production From Waste Cooking Oil Using a Heterogeneous Catalyst From Pyrolyzed Rice Husk. *Bioresource Technology*. 154: 345–348.
- Marchetti, J. M., Pedernera, M. N., and Schbib, N. S. 2011. Production of Biodiesel From Acid Oil Using Sulfuric Acid as Catalyst: Kinetics Study. *International Journal of Low-Carbon Technologies*. 6(1): 38–43.
- Martinez-Guerra, E., and Gude, V. G. 2014. Transesterification of Used Vegetable Oil Catalyzed by Barium Oxide Under Simultaneous Microwave and Ultrasound Irradiations. *Energy Conversion and Management*. 88: 633–640.
- Martínez, A., Mijangos, G. E., Romero-Ibarra, I. C., Hernández-Altamirano, R., and Mena-Cervantes, V. Y. 2019. In-situ Transesterification of *Jatropha Curcas* L. Seeds Using Homogeneous and Heterogeneous Basic Catalysts. *Fuel*. 235(6): 277–287.
- Masta, N. 2020. Buku Materi Pembelajaran Scanning Electron Microscopy. *Patra Widya: Seri Penerbitan Penelitian Sejarah Dan Budaya*. 21(3): 1–3.
- Merle- Méjean, T., Bouchareb, S., and Tranquille, M. 1989. Resonance Raman and Infrared Studies of Matrix-Isolated Cu^0 (ethylene)_n Complexes. Contribution of $\text{C}_2\text{H}_4/\text{C}_2\text{D}_4$ Mixture to the Structural Analysis. *The Journal of Physical Chemistry*. 93(4): 1197-1203.
- Mittelbach, M, C. R. 2004. *Biodiesel - The Comprehensive Handbook*. Graz.
- 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, M.A. J., Jaafar, A.F., Ismail, M.H.D., Othman, M.A., and Rahman. 2017. *Chapter 1 - Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*. University Teknologi Malaysia, Johor Bahru. Malaysia.
- Moradi, G., Mohadesi, M., and Hojabri, Z. 2014. Biodiesel Production by CaO/SiO_2 Catalyst Synthesized by The Sol–Gel Process. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*. 113(1): 169–186.

- Murray, R., and Wyse-Mason, R. 2018. Investigation of Methanol-Biodiesel-Coconut Oil Ternary Blends as An Alternative Fuel for CI Engines. *Engineering Science and Technology, an International Journal*. 21(5): 1056–1066.
- Ndak, Y. A., Sarifudin, K., dan Sudirman. 2021. Pengaruh Komposisi SiO₂ Pada Katalis CaO/SiO₂ Terhadap Karakter Morfologi Permukaan, Ukuran Partikel dan Rendamen Metil Ester Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Yulita. *Beta Kimia*. 1(11): 64–77.
- Noiroj, K., Intarapong, P., Luengnaruemitchai, A., and Jai-In, S. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production via Transesterification from Palm Oil. *Renewable Energy*. 34(4): 1145–1150.
- Nurfiqih, D., dan 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.
- Nurhadi, N., Susilo, S. H., dan Rohman, F. 2018. Pengaruh Variasi Jenis dan Massa Kulit Pisang terhadap Produksi Bioethanol sebagai Bahan Bakar Motor Bensin. *Seminar Nasional*. 4: 11–16.
- Nurnasrina, P. A. P. 2016. Proses Sol-Gel: Analisis, Fundamental dan Aplikasi. Lambung Mangkurat University Press. Banjarmasin.
- Pahlepi, R., Sembiring, S., dan Pandiangan, K. D. 2013. Pengaruh Penambahan MgO Pada SiO₂ Berbasis Silika Sekam Padi Terhadap Karakteristik Komposit MgO-SiO₂ dan Kesesuaiannya Sebagai Bahan Pendukung Katalis. *Teori Dan Aplikasi Fisika*. 01(02): 161–169.
- Panchal, B., Kalaji, H. M., Deshmukh, S., Sharma, M., and Strobel, W. R. 2018. Synthesis of Methyl Esters from Silk Cotton Tree Seed Kernel Oil Using Dimethyl Carbonate and KOH Catalysis. *European Journal of Sustainable Development Research*. 2(2): 20 ISSN: 2542-4742.
- Pandiangan, K. D., Arief, S., Jamarun, N., and Simanjuntak, W. 2017. Synthesis of Zeolite-X from Rice Husk Silica and Aluminum Metal as a Catalyst for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Materials and Environmental Science*. 8(5): 1797–1802.

- 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., 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*. 8(6): 1-11.
- 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*. 8(2): 170–178.
- 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*. 1751(1): 1-7.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Rilyanti, M., Jamarun, N., and Arief, S. 2017. Influence of Kinetic Variables on Rubber Seed Oil Transesterification Using Bifunctional Catalyst CaO-MgO/SiO₂. *Oriental Journal of Chemistry*. 33(6): 2891–2898.
- Pangesti, G. G., Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Sasori, S., and Rilyanti, M. 2021. Synthesis of Zeolite-Y From Rice Husk Silica and Food Grade Aluminum Foil Using Modified Hydrothermal Method. *Journal of Physics: Conference Series*. 1751(1): 1-8.
- Pinheiro, A. C., Mesquita, N., Trovão, J., Soares, F., Tiago, I., Coelho, C., de Carvalho, H. P., Gil, F., Catarino, L., Piñar, G., and Portugal, A. 2019. Limestone Biodeterioration: A Review on The Portuguese Cultural Heritage Scenario. *Journal of Cultural Heritage*. 36: 275–285.
- Pukale, D. D., Maddikeri, G. L., Gogate, P. R., Pandit, A. B., and Pratap, A. P. 2015. Ultrasound Assisted Transesterification of Waste Cooking Oil Using Heterogeneous Solid Catalyst. *Ultrasonics Sonochemistry*. 22: 278–286.

- Putra, A. P., Wiwik, E., Hastuti, D., and Abro, A. 2017. Studi Potensi Sumberdaya Batu Gamping Sebagai Bahan Baku Pembuatan Semen di Kecamatan Buay Sandang Aji Kabupaten Ogan Komering Ulu Selatan. *Jp.* 1(3): 1–10.
- Rafiee, E., Shahebrahimi, S., Feyzi, M., and Shaterzadeh, M. 2012. Optimization of Synthesis and Characterization of Nanosilica Produced From Rice Husk (a common waste material). *International Nano Letters.* 2(1): 1–8.
- Rathmann, R., Szklo, A., and Schaeffer, R. 2012. Targets and Results of The Brazilian Biodiesel Incentive Program - Has it reached the Promised Land. *Applied Energy.* 97: 91–100.
- Roschat, W., Siritanon, T., Yoosuk, B., and Promarak, V. 2016. Rice Husk-Derived Sodium Silicate as a Highly Efficient and Low-Cost Basic Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production. *Energy Conversion and Management.* 119: 453–462.
- Royani, A., Sulistiyono, E., dan Sufiandi, D. 2018. Pengaruh Suhu Kalsinasi Pada Proses Dekomposisi Dolomit. *Jurnal Sains Materi Indonesia.* 18(1): 41-46.
- Santoso, A., Sumari, S., Marfuah, S., Muntholib, M., dan Retnosari, R. 2020. Pemanfaatan Limbah Sapi Perah Untuk Biogas Sebagai Energi Terbarukan Pada Kelompok Peternak. *Jurnal Graha Pengabdian.* 2(2): 114–123.
- Santoso, A., Sumari, Urfa Zakiyya, U., dan 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(1): 1-10.
- Sibarani, J., Syahrul, K., Yoeswono., Kama W., dan Iqmal, T. 2007. Pengaruh Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit Pada Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. *Indonesian Journal of Chemistry.* 7(3): 314–319.
- Simanjuntak, W., Sembiring, S., Pandiangan, K. D., Syani, F., dan Situmeang, R. T. M. 2016. The Use of Liquid Smoke as Substitute For Nitric Acid For Extraction Of Amorphous Silica From Rice Husk Through Sol-Gel Route. *Oriental Journal of Chemistry.* 32(4): 2079–2085.

- Siswanto, Sormin, D. P., Hikmawati, D., Aminatun, dan 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*. 1825(1), 1-6.
- Suka, I. G., Simajuntak, W., Sembiring, S., dan Trisnawati, E. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi. *Mipa*. 37(1): 47–52.
- Suprpto, Fauziah, T. R., Sangi, M. S., Oetami, T. P., Qoniah, I., and Prasetyoko, D. 2016. Calcium Oxide From Limestone As Solid Base Catalyst In Transesterification Of Reutealis Trisperma Oil. *Indonesian Journal of Chemistry*. 16(2): 208–213.
- Tang, Z. E., Lim, S., Pang, Y. L., Ong, H. C., and Lee, K. T. 2018. Synthesis Of Biomass As Heterogeneous Catalyst For Application In Biodiesel Production: State Of The Art And Fundamental Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 92(3): 235–253.
- Wardan, S. dan Zainal, A. 2003. *Bahan Bakar dan Pelumas*. Fakultas Teknik. UNY. Yogyakarta.
- Wong, Y. C., Tan, Y. P., Taufiq-Yap, Y. H., Ramli, I., and Tee, H. S. 2015. Biodiesel Production Via Transesterification Of Palm Oil By Using CaO-CeO₂ Mixed Oxide Catalysts. *Fuel*. 162: 288–293.
- Yang, R., Su, M., Zhang, J., Jin, F., Zha, C., Li, M., and Hao, X. 2011. Biodiesel Production From Rubber Seed Oil Using Poly (Sodium Acrylate) Supporting NaOH As a Water-Resistant Catalyst. *Bioresource Technology*. 102(3): 2665–2671.
- Zahan, K. A., and Kano, M. 2018. Biodiesel Production From Palm Oil, Its By-Products, And Mill Effluent: A review. *Energies*. 11(8): 1–25.