

**PENGARUH SUHU KALSINASI CaO/SiO_2 YANG DISINTESIS DARI
BATU KAPUR DAN BATU APUNG TERHADAP AKTIVITAS
KATALITIK DALAM TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI KARET**

(Skripsi)

Oleh

**RANGGA NANDA PUTRA
NPM 1917011061**



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

ABSTRACT

THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE OF SYNTHESIS CaO/SiO₂ FROM LIME AND PUMES ON CATALYTIC ACTIVITY IN THE TRANSESTERIFICATION OF RUBBER SEED OIL

By

Rangga Nanda Putra

In this study, the synthesis of CaO/SiO₂ catalyst from CaCO₃ (limestone) and pumice silica with a mass ratio of 1:5 was conducted using the sol-gel method and calcined at various temperatures of 500, 600, 700, 800, and 900 °C for 6 hours. The synthesized CaO/SiO₂ catalysts were characterized using SEM, XRD, BET, and PSA. The results of the characterization using XRD showed that the catalyst which was calcined at 500 and 600 °C was still in the amorphous solid phase, while at 700-900 °C it was already in the crystalline phase and the identification results of the mineral formed was wollastonite. The best catalytic activity in the transesterification reaction was exhibited by the catalyst calcined at 800 °C. The experimental conditions for the transesterification process were determined as follows: methanol-to-oil ratio of 1:6, catalyst amount of 2.5%, reaction time of 6 hours at a temperature of 70 °C, and the addition of coconut oil as a co-reactant, as well as 1 mL of homogeneous H₂SO₄ catalyst. Under these conditions, the maximum oil conversion to biodiesel reached 100%. GC-MS analysis revealed the formation of methyl esters, primarily methyl oleate, which corresponded to the main fatty acid content in rubber seed oil. The physical characterization of biodiesel, such as density, viscosity, and flash point, did not meet the SNI 7182:2015 standard.

Keywords : CaO/SiO₂ catalyst, rubber seed oil, transesterification, biodiesel.

ABSTRAK

PENGARUH SUHU KALSINASI CaO/SiO₂ YANG DISINTESIS DARI BATU KAPUR DAN BATU APUNG TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK DALAM TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI KARET

Oleh

Rangga Nanda Putra

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ (batu kapur) dan silika batu apung dengan komposisi massa 1:5 menggunakan metode sol-gel dan dikalsinasi dengan variasi suhu 500, 600, 700, 800, dan 900 °C selama 6 jam. Katalis CaO/SiO₂ yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan SEM, XRD, BET, dan PSA. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan katalis yang dikalsinasi pada suhu 500 dan 600 °C masih berada pada fasa padat berbentuk amorf sedangkan pada suhu 700-900 °C sudah berada pada fasa kristalin dan hasil identifikasi mineral yang terbentuk yaitu *wollastonite*. Uji aktivitas katalitik terbaik pada reaksi transesterifikasi ditunjukkan oleh katalis yang dikalsinasi pada suhu 800 °C. Kondisi percobaan transesterifikasi diperoleh pada penggunaan nisbah metanol terhadap minyak 1:6, jumlah katalis 2,5%, dan waktu reaksi 6 jam pada suhu 70 °C dan penambahan minyak kelapa sebagai ko-reaktan, serta penambahan katalis homogen H₂SO₄ 1 mL diperoleh tingkat konversi minyak menjadi biodiesel maksimum yang dicapai adalah sebesar 100%. Hasil analisis GC-MS menunjukkan terbentuknya metil ester dengan komponen utama berupa metil oleat yang sesuai dengan kandungan utama asam lemak dalam minyak biji karet. Karakterisasi fisik biodiesel seperti densitas, viskositas, dan titik nyala belum memenuhi standar SNI 7182:2015.

Kata kunci : Katalis CaO/SiO₂, minyak biji karet, transesterifikasi, biodiesel.

**PENGARUH SUHU KALSINASI CaO/SiO_2 YANG DISINTESIS DARI
BATU KAPUR DAN BATU APUNG TERHADAP AKTIVITAS
KATALITIK DALAM TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI KARET**

Oleh

RANGGA NANDA PUTRA

Skripsi

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

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika Universitas Lampung**



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

Judul Skripsi : **PENGARUH SUHU KALSINASI CaO/SiO_2
YANG DISINTESIS DARI BATU
KAPUR DAN BATU APUNG
TERHADAP AKTIVITAS KATALITIK
DALAM TRANSESTERIFIKASI
MINYAK BIJI KARET**

Nama Mahasiswa : **Rangga Nanda Putra**


Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011061


Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


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


Dr. Zipora Sembiring, M.Si.
NIP. 195901061986032001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA


Mulyono, Ph. D.
NIP. 197406112000031002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

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



Sekretaris : Dr. Zipora Sembiring, M.Si.



Anggota : Prof. Dr. Drs. Hardoko Insan Qudus, S.U.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 28 Juli 2023

**SURAT PERNYATAAN
KEASLIAN SKRIPSI**

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Rangga Nanda Putra
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011061
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi Saya yang berjudul
“Pengaruh Suhu Kalsinasi CaO/SiO₂ yang Disintesis Dari Batu Kapur dan Batu
Apung Terhadap Aktivitas Katalitik Dalam Transesterifikasi Minyak Biji Karet”
adalah benar karya sendiri dan Saya tidak keberatan jika sebagian atau seluruh
data dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau progran studi untuk
kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Bandar Lampung, 10 Agustus 2023



Rangga Nanda Putra

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Rangga Nanda Putra, lahir di Pasir Ukir pada tanggal 17 Oktober 2001 merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis lahir dari pasangan suami istri Bapak Jauri dan Ibu Sudarti, penulis memiliki kakak perempuan bernama Reza Agustina. Penulis sekarang bertempat tinggal di Desa Pasir Ukir, Kecamatan Pagelaran, Kabupaten Pringsewu, Lampung. Penulis telah menyelesaikan pendidikan mulai dari TK Al-Muttaqin pada tahun 2007, SDN 1 Pasir Ukir lulus pada tahun 2013, SMP Negeri 1 Pringsewu lulus pada tahun 2016, SMA Negeri 1 Pagelaran pada tahun 2019. Pada tahun yang sama penulis diterima sebagai mahasiswa di Jurusan S1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selain belajar di bangku kuliah, penulis juga aktif dalam berorganisasi. Organisasi yang pernah diikuti adalah Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) FMIPA Unila sebagai anggota bidang Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi (KPO) pada tahun 2020-2021. Selain mengikuti organisasi, penulis juga pernah menjadi anggota peneliti pada penelitian Merdeka Belajar Kampus Merdeka (MBKM) pada tahun 2022. Penulis dalam menyelesaikan pendidikannya telah melakukan

Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Kimia Anorganik Fisik Universitas Lampung dengan judul “Penurunan Kekeruhan Dari Air Limbah Laundry Menggunakan Pemanfaatan Karbon Aktif Cangkang Biji Karet (*Hevea brasiliensis*) Hasil Metode Pirolisis Sebagai Adsorben” . Penulis juga pernah menjadi asisten praktikum Kimia Fisik 1 untuk mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Unila dan asisten dosen mata kuliah Kimia Fisik II pada semester ganjil tahun 2022/2023.

MOTTO

*“Hidup yang baik adalah hidup yang
diinspirasi oleh cinta dan dipandu oleh ilmu
pengetahuan”*

-Bertrand Russel

*“Success comes to those who never stop
trying and believe in themselves”*

*“Jangan kurung diri kita di bingkai
kehidupan yang kita buat sendiri”*

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Puji syukur kepada Allah SWT atas limpahan karunia-Nya,
kupersembahkan karya ini sebagai wujud bakti dan
tanggung jawabku kepada :*

*Kedua orang tuaku,
Bapak Jauri dan Ibu Sudarti
Yang senantiasa mendoakanku, mengajarkanku, mendidikku,
membimbingku dengan penuh kasih sayang, memberikan
dukungan motivasi, dan segalanya untukku.*

*Kakakku tersayang Reza Agustina, Orang terkasih, Saudara-
saudaraku, dan Sahabat-sahabatku.*

*Pembimbing penelitianku,
Ibu Prof. Dr. Kamisah Delilawati Pandiangan, M.Si, dan
Ibu Dr. Zipora Sembiring, M.Si*

Almamater tercinta Universitas Lampung

Diriku

SANWACANA

Alhamdulillah segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, hidayah, karunia, serta keberkahan kepada hamba-Nya, Sholawat beriring salam selalu tercurahkan kepada nabi Muhammad SAW., kepada keluarganya, sahabatnya, dan pengikutnya yang semoga senantiasa istiqomah di jalan-Nya semoga kita mendapatkan syafa'atnya di yaumul akhir nanti, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi.

Skripsi dengan judul “ Pengaruh Suhu Kalsinasi CaO/SiO_2 Yang Disintesis Dari Batu Kapur dan Batu Apung Terhadap Aktivitas Katalitik Dalam Transesterifikasi Minyak Biji Karet ” ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Penulis menyadari dalam proses penelitian dan penyusunan skripsi ini penulis dibantu oleh berbagai pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Dalam kesempatan ini, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Ibu Prof. Dr. Kamisah Delilawati Pandiangan, M.Si. sebagai pembimbing pertama yang telah membimbing, membantu, memotivasi dan meluangkan waktu dan pikirannya serta memberikan segala kebaikannya hingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Zipora Sembiring, M.Si. selaku pembimbing kedua saya yang telah membimbing, membantu dan mendukung dalam penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Prof. Dr. Drs. Hardoko Insan Qudus, S.U. selaku pembahas/penguji yang telah membimbing, memberikan saran dan kritik yang membangun sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.

4. Bapak Prof. Drs. John Hendri, M.S., Ph.D. selaku pembimbing akademik yang telah membimbing, mengarahkan, serta memberikan kesempatan untuk berdiskusi terkait perkuliahan dan kemajuan belajar.
5. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
6. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si. selaku Sekretaris Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Kimia FMIPA Universitas Lampung atas segala bimbingan, edukasi dan dedikasinya yang telah diberikan kepada penulis.
8. Segenap staf dan karyawan khususnya Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
9. Universitas Lampung atas dukungan dana yang diberikan melalui penelitian Hibah *Professorship* Universitas Lampung 2022 dengan nomor kontrak 479/UN26.21/PN/2022.
10. Bapak Jauri dan Ibu Sudarti sebagai orang tua penulis, serta Reza Agustina dan Regi Yonata sebagai kakak penulis yang selalu memberikan semangat, motivasi, dukungan, dan selalu mendo'akan untuk menyelesaikan skripsi ini.
11. Partner penelitian penulis: Nugraha Bramanthio, Erika Noviana, dan Selvia Anggraini Hasan atas segala kesabaran kalian, dukungan, saran, motivasi, merasakan susah dan senang, canda dan tawa selama penelitian bersama penulis. Semoga Allah selalu memberikan kebaikan dan keberkahan hidup kepada kalian dan semoga kalian sukses selalu.
12. Septalia Rosserly Yulianti sebagai orang spesial yang selalu memberikan semangat serta do'a selama penulis menyelesaikan penelitian dan skripsi.
13. Rekan-rekan di Laboratorium Polimer Kimia Fisik: Eki, Arya, Thio, Dito, Farich, Erika, Selvia, Quntum, Zahra, mbak Diska, Devy, Rifdah, kak Sahrul dan lainnya yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu terimakasih atas segala bantuannya selama penulis melakukan penelitian.
14. Teman-teman Seperjuangan Kontrakan Anak Sholeh : Zul, Akmal, Eki, Farich, Arya, Thio, Niko, Dwiki, Adiya, Dinus, Dito, Isro, Unggul, Wail, Syangap, Febri, adik Ucup, kak Anan, kak Tole, bang Gowow, Sultan SS,

Gom, Hafis, dan Andra terimakasih atas kebersamaan dan bantuannya selama menjalani perkuliahan.

15. Diska Indah Alista selaku kakak, guru, pembimbing, sekaligus rekan penulis sejak penelitian dimulai. Terimakasih untuk segala bentuk dukungan, pembelajaran, saran, dan semangat yang telah disalurkan kepada penulis.
16. M.Fadhil Ramadito, Maulana Arya Nadhief dan Melati Danty Imelda terimakasih atas segala bentuk dukungan berupa ilmu, atas kebersamaannya kepada penulis
17. Senior kosan Yokohama : bang Gowow, bang Reja, yay Alu, Febri terimakasih atas support dan kebersamaannya dan memberikan pengalaman baru kepada penulis. Semoga kita semua sukses.
18. *Chemistry 19* yang tidak dapat disebutkan satu persatu, terimakasih atas kebersamaan yang telah dilalui dalam kehidupan di kampus dari maba sampai sekarang.
19. Kakak dan adik tingkat penulis di Jurusan Kimia angkatan 2015, 2016, 2017, 2018, 2020, 2021, dan 2022.
20. Seluruh pihak yang telah membantu yang tidak dapat dituliskan satu-persatu, terimakasih banyak telah membantu dan mendukung penulis dalam menyusun skripsi ini.
21. Rangga Nanda Putra selaku diri sendiri yang telah berjuang dan bertahan untuk menuntaskan penelitian dan menyelesaikan skripsi ini.

Semoga Allah SWT membalasnya dengan pahala yang berlipat ganda atas bantuan yang telah diberikan kepada penulis, Aamiin. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan, namun penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna bagi rekan-rekan khususnya mahasiswa kimia dan pembaca pada umumnya.

Bandar Lampung, 08 Agustus 2023

Penulis,

Rangga Nanda Putra

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iv
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	4
1.3 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Biodiesel	6
2.2 Biji Karet.....	7
2.3 Reaksi Transesterifikasi	8
2.4 Katalis	9
2.5 Katalis CaO Berpenyangga.....	11
2.6 Silika Batu Apung	13
2.7 Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ Dengan Metode Sol Gel	14
2.8 Karakterisasi Katalis	14
2.8.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
2.8.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	17
2.8.3 <i>Brunauer Emmett-Teller</i> (BET)	18
2.8.4 <i>Particle Size Analyzers</i> (PSA).....	19
2.9 Analisis Produk Hasil Transesterifikasi.....	20
2.10 Sifat-Sifat Penting Biodiesel.....	21
2.10.1 Viskositas	21
2.10.2 Densitas	22
2.10.3 Titik Nyala (<i>Flash Point</i>).....	22
III. METODOLOGI PENELITIAN	24
3.1 Waktu dan Tempat	24
3.2 Alat dan Bahan.....	24
3.2.1 Alat-alat yang digunakan.....	24
3.2.2 Bahan-bahan yang digunakan.....	25

3.3	Prosedur Kerja	25
3.3.1	Preparasi Batu Apung	25
3.3.2	Ekstraksi Silika Batu Apung	26
3.3.3	Preparasi CaO dari Batu Kapur	26
3.3.4	Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol-Gel	26
3.3.5	Karakterisasi Katalis CaO/SiO ₂	27
3.3.5.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	27
3.3.5.2	<i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	27
3.3.5.3	<i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET)	28
3.3.5.4	<i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	28
3.3.6	Ekstraksi Minyak Biji Karet	29
3.3.7	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Karet	29
3.3.7.1	Pengaruh Perbandingan Nisbah Metanol Terhadap Minyak Biji Karet	30
3.3.7.2	Pengaruh Jumlah Katalis	30
3.3.7.3	Pengaruh Waktu Reaksi Transesterifikasi	31
3.3.8	Analisis Biodiesel	31
3.3.8.1	<i>Gas Chromatography - Mass Spectroscopy</i> (GC-MS) ...	31
3.3.8.2	Uji Kualitas Biodiesel	32
a.	Viskositas	32
b.	Densitas	33
c.	Titik Nyala (<i>flash point</i>)	33
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1	Pengantar	35
4.2	Preparasi Batu Apung	35
4.3	Ekstraksi Silika Batu Apung	36
4.4	Preparasi CaO dari Batu Kapur	39
4.5	Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol-Gel	39
4.6	Karakterisasi Katalis CaO/SiO ₂	40
4.6.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	40
4.6.2	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	42
4.6.3	<i>Brunauer-Emmett-Teller</i> (BET)	44
4.6.4	<i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	44
4.7	Ekstraksi Minyak Biji Karet	45
4.8	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Karet ..	46
4.8.1	Pengaruh Perbandingan Nisbah Metanol Terhadap Minyak Biji Karet	49
4.8.2	Pengaruh Jumlah Katalis	50
4.8.3	Pengaruh Waktu Reaksi Transesterifikasi	51
4.9	Analisis Biodiesel	52
4.9.1	<i>Gas Chromatography - Mass Spectroscopy</i> (GC-MS)	52
4.9.2	Uji Kualitas Biodiesel	53

V. SIMPULAN DAN SARAN	54
5.1 Simpul an	54
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN	65

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi asam lemak pada minyak biji karet.....	8
2. Hasil ekstraksi silika batu apung.....	38
3. Data hasil karakterisasi BET CaO/SiO ₂ 1:5 800 °C	44
4. Pengaruh suhu kalsinasi katalis CaO/SiO ₂ 1:5 pada produk transesterifikasi minyak biji karet.....	48
5. Persen konversi nisbah metanol terhadap minyak biji karet.....	49
6. Persen konversi pengaruh jumlah katalis	50
7. Persen konversi pengaruh waktu reaksi transesterifikasi.....	51
8. Komposisi biodiesel minyak biji karet dengan katalis CaO/SiO ₂ 1:5 800 °C ..	52
9. Hasil uji parameter fisik biodiesel.....	53
10. Syarat baku mutu biodiesel sesuai data SNI 7182:2015.....	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Tahapan reaksi transesterifikasi.	9
2. Difraksi sinar-x pada bidang atom	16
3. Difaktogram katalis CaO/SiO ₂	16
4. Hasil foto SEM.....	17
5. Penyerapan molekul gas nitrogen oleh permukaan serat padat.	18
6. Kromatogram GC dari produk transesterifikasi minyak biji karet.....	21
7. Hasil preparasi batu apung	36
8. Ekstraksi silika amorf batu apung	37
9. Difraktogram silika batu apung pada konsentrasi NaOH yang berbeda	38
10. Hasil sintesis katalis CaO/SiO ₂	40
11. Pola difraksi XRD katalis CaO/SiO ₂	41
12. Mikrograf SEM.	43
13. Grafik hasil PSA katalis CaO/SiO ₂ 1:5 800 °C.....	45
14. Minyak biji karet hasil ekstraksi	46
15. Rangkaian alat refluks.....	47
16. Pemisahan produk transesterifikasi.....	48
17. Kromatogram biodiesel minyak biji karet.....	52
18. Difraktogram katalis CaO/SiO ₂ 1:5 dengan suhu kalsinasi	72
19. Mikrograf SEM	73

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak bumi merupakan sumber energi yang tidak terbarukan, membutuhkan waktu yang sangat lama untuk mengubah bahan mentah minyak bumi menjadi produk minyak bumi. Cadangan minyak bumi yang terus menurun menjadi salah satu permasalahan utama dalam sektor energi di Indonesia yang disebabkan oleh meningkatnya jumlah konsumsi minyak bumi. Kementerian ESDM, (2019) melaporkan bahwa cadangan minyak bumi terus mengalami penurunan dari 7305,02 juta *Million Stock Tank Barrels* (MMSTB) pada tahun 2015 menjadi 3774,59 juta MMSTB pada tahun 2019. Namun, tidak diimbangi dengan kebutuhan Bahan Bakar Minyak (BBM) yang terus meningkat. Dari data Kementerian ESDM tahun 2018 menunjukkan bahwa rata-rata produksi minyak bumi masih di kisaran 773 ribu barel. Jumlah produksi pada tahun 2018 jauh di bawah tahun 2017 yang masih di angka 949 ribu barel per hari. Munculnya defisit tersebut terjadi saat produksi minyak terus menurun, sementara konsumsi bahan bakar minyak di Indonesia terus meningkat karena penambahan penduduk dan jumlah kendaraan bermotor, termasuk sepeda motor dan mobil (Wijaya, 2021). Maka untuk meningkatkan cadangan sumber energi tersebut, diperlukan inovasi bahan bakar alternatif dengan memanfaatkan sumber daya minyak nabati non-pangan yang murah dan berkelanjutan.

Alternatif yang sangat potensial untuk dikembangkan adalah *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) atau dikenal dengan nama biodiesel. Biodiesel dapat dikembangkan karena memiliki beberapa keuntungan seperti ramah lingkungan,

renewable energy, biodegradable, tidak beracun, dan rendah emisi gas buang ketika digunakan dalam pembakaran (Roschat *et al.*, 2017).

Berdasarkan penelitian sebelumnya, minyak nabati pangan yang telah digunakan untuk pembuatan biodiesel antara lain minyak kelapa (Pandiangan and Simanjuntak., 2013) kelapa sawit (Pandiangan *et al.*, 2017). Namun dalam pengembangannya, minyak nabati tersebut berkompetisi dengan bahan pangan, sehingga pengembangan minyak nabati non pangan menjadi alternatif yang dapat digunakan. Pada penelitian ini biodiesel dibuat menggunakan minyak biji karet (*Hevea brasiliensis*) yang merupakan minyak non-pangan dan memiliki kandungan minyak relatif tinggi (40-50%) yang sangat potensial sebagai bahan baku biodiesel (Bobade *et al.*, 2012; Pandiangan *et al.*, 2021).

Minyak biji karet dipilih sebagai bahan baku karena tanaman karet banyak tumbuh di Indonesia, akan tetapi hingga saat ini biji karet belum termanfaatkan secara optimal. Minyak biji karet yang digunakan untuk pembuatan bahan baku biodiesel dihasilkan dari pengepresan biji tanaman karet. Minyak biji karet ataupun minyak nabati non pangan pada umumnya memiliki kekentalan yang relatif tinggi dibandingkan dengan minyak solar dari fraksi minyak bumi. Kekentalan ini dapat dikurangi dengan memutus percabangan rantai karbon tersebut melalui proses transesterifikasi menggunakan alkohol rantai pendek, misalnya metanol atau etanol (Setyawardhani, 2003).

Reaksi transesterifikasi berjalan lambat, maka diperlukan katalis untuk menurunkan energi aktivasi dengan mempercepat reaksi. Katalis yang umum digunakan adalah katalis homogen atau katalis heterogen. Katalis homogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang sama dengan zat pereaksi. Kekurangan dari katalis ini adalah sukar dipisahkan dari produk pada akhir reaksi dan terbentuknya produk samping berupa sabun sehingga menurunkan *yield* biodiesel (Chen *et al.*, 2015). Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan mediumnya, dalam hal ini katalis tidak bercampur homogen dengan zat pereaksi. Penggunaan katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi lebih menguntungkan karena memiliki keunggulan yang dapat digunakan kembali (Rahimi *et al.*, 2021), katalis yang lebih ramah lingkungan, dengan harga yang

murah, mudah dipisahkan, non korosif dan potensial jika digunakan berkali-kali (Thitsartarn and Kawi, 2011).

Beberapa jenis katalis heterogen telah dilaporkan pada reaksi transesterifikasi seperti oksida logam (Foroutan *et al.*, 2020), oksida berpenyangga (Pandiangan *et al.*, 2021) dan zeolit (Wu *et al.*, 2013). Salah satu jenis oksida logam alkali tanah yang dikembangkan sebagai katalis transesterifikasi adalah CaO (Ketcong *et al.*, 2014). Katalis CaO merupakan salah satu jenis katalis heterogen yang banyak digunakan pada reaksi transesterifikasi untuk produksi biodiesel. Salah satu keunggulan dari CaO yakni mudah dipisahkan pada akhir reaksi dalam proses pembuatan biodiesel karena berbentuk padatan. CaO dapat diperoleh dari sumber-sumber alami seperti batu kapur, tulang hewan, dan cangkang yang banyak mengandung CaCO₃ dan selanjutnya dapat didekomposisi menjadi CaO pada suhu tertentu (Astuti dkk., 2019). Selain memiliki keunggulan, CaO mempunyai kelemahan yaitu mudah mengalami *leaching* yang dapat menyebabkan reaksi penyabunan (Pandiangan *et al.*, 2016). Untuk mencegah terjadinya proses *leaching* maka digunakan suatu penyangga katalis berupa SiO₂. Penyangga akan memperbaiki kekuatan mekanik, meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalik (Meliyana, 2015). Penambahan silika sebagai penyangga katalis menyebabkan terjadinya dispersi fasa aktif yang dapat menyebabkan katalis menjadi lebih stabil, sehingga katalis dengan kombinasi silika mampu bekerja menyerap molekul air dari bahan pada saat reaksi berlangsung.

Pada penelitian ini sumber bahan baku CaO diperoleh dari batu kapur yang ketersediaannya sangat melimpah di alam dan kandungan Ca mencapai 98% (Pandiangan *et al.*, 2019). Proses pembentukan CaO dilakukan dengan cara kalsinasi pada kisaran suhu 500 hingga 900 °C (Ho *et al.*, 2014; Banurea *et al.*, 2021). Sumber silika pada penelitian ini diperoleh dari batu apung yang ketersediaannya melimpah khususnya di daerah Lampung Selatan. Batu apung ini sangat menjanjikan karena proses ekstraksinya mudah dilakukan dan biayanya ekonomis sesuai dengan yang dilaporkan oleh Sangeetha *et al.* (2020).

Pada penelitian ini, katalis CaO/SiO₂ disintesis dengan metode sol-gel. Metode sol gel merupakan proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia,

terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) menjadi fasa cair *kontinyu* (gel). Kelebihan dari metode sol gel untuk preparasi katalis heterogen antara lain derajat dan kemurnian produk akhir homogenitas yang tinggi, suhu perlakuan rendah, mudah perlakuannya, sangat tepat untuk sintesis material yang memerlukan kontrol bentuk, ukuran, serta komposisi oksida logam (Siswanto *et al.*, 2021). Katalis CaO/SiO₂ disintesis dengan rasio massa 1:5 sesuai yang dilaporkan Pandiangan *et al.* (2016). Selanjutnya, katalis hasil sintesis dikarakterisasi dengan, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Particle Size Analyzer* (PSA).

Uji aktivitas katalitik CaO/SiO₂ dilakukan pada reaksi transesterifikasi minyak biji karet. Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh suhu kalsinasi pada variasi suhu kalsinasi 500, 600, 700, 800, dan 900 °C terhadap aktivitas CaO/SiO₂ sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak biji karet. Pada proses transesterifikasi juga dipelajari variabel kinetis yang dapat mempengaruhi persen konversi yang meliputi rasio metanol terhadap minyak biji karet, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi. Selanjutnya produk hasil transesterifikasi dianalisis menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometry* (GC-MS) dan uji parameter fisik yang meliputi viskositas, densitas dan titik nyala.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Memperoleh katalis CaO/SiO₂ yang disintesis dari batu kapur dan batu apung menggunakan metode sol-gel.
2. Mengkarakterisasi katalis CaO/SiO₂ dengan XRD, SEM, BET, dan PSA.
3. Mempelajari pengaruh suhu kalsinasi terhadap aktivitas katalis CaO/SiO₂ pada reaksi transesterifikasi minyak biji karet
4. Mempelajari variabel kinetis yang mempengaruhi efektivitas transesterifikasi hasil produk biodiesel yang meliputi jenis katalis, jumlah katalis, nisbah minyak metanol, dan waktu reaksi.

5. Menganalisis produk transesterifikasi menggunakan GC-MS serta uji parameter fisik seperti viskositas, densitas, dan titik nyala sebagai kelayakan bahan bakar cair.

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Meningkatkan pemanfaatan batu kapur dan batu apung sebagai bahan baku pembuatan katalis yang disintesis dengan menggunakan metode sol-gel.
2. Mendukung produksi biodiesel dengan memanfaatkan pengolahan minyak nabati menggunakan katalis heterogen CaO/SiO_2 .

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel salah satu bahan bakar alternatif yang menjanjikan yang dapat diperoleh dari minyak tumbuhan, lemak binatang atau minyak bekas melalui esterifikasi dengan alkohol (Gerpen, 2005). Biodiesel biasanya diproduksi melalui proses transesterifikasi minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol (Gashaw *et al.*, 2015).

Ada banyak keuntungan menggunakan biodiesel, salah satunya yaitu penggunaan biodiesel tidak berbahaya bagi lingkungan. Kendaraan berbahan bakar petrodiesel menghasilkan sejumlah besar emisi, namun sayangnya kendaraan tersebut menimbulkan bahaya pada lingkungan. Biodiesel berorientasi pertanian, tidak beracun, biodegradable, dan bersifat terbarukan. Biodiesel memiliki bilangan setana yang tinggi (pengukuran kualitas pembakaran bahan bakar diesel selama pengapian kompresi), kandungan sulfur rendah, volatilitas yang rendah, dan adanya atom oksigen dalam molekul bahan bakar tersebut. Keuntungan lain dari bahan bakar biodiesel adalah biodiesel dapat dicampur dengan sumber daya energi dan minyak lainnya (Innocent *et al.*, 2013).

Karena bahan bakunya berasal dari minyak tumbuhan atau lemak hewan, biodiesel digolongkan sebagai bahan bakar yang dapat diperbarui. Komponen karbon dalam minyak atau lemak berasal dari karbon dioksida di udara, sehingga biodiesel dianggap tidak menyumbang pemanasan global sebanyak bahan bakar

fosil. Penggunaan minyak nabati dan lemak hewani untuk produksi biodiesel baru-baru ini menjadi perhatian besar karena bersaing dengan bahan makanan. Penggunaan minyak nabati pangan telah mengakibatkan persaingan antara kebutuhan pangan dan energi sehingga potensi penggunaan minyak nabati non pangan sebagai bahan baku produksi biodiesel merupakan keniscayaan. Banyak tanaman yang memiliki kandungan minyak nabati non pangan yang cukup menjanjikan (Atabani *et al.*, 2012; Pandiangan *et al.*, 2021) antara lain *Jatropha curcas* (jarak pagar), *Calophyllum inophyllum* (nyamplung), *Madhuca indica* (mahua), *Hevea brasiliensis* (biji karet), *Ricinus communis L.* (jarak kaliki), dan *Terminalia catappal* (ketapang). Produksi biodiesel umumnya dilakukan dengan reaksi transesterifikasi minyak nabati dan alkohol menghasilkan alkil ester dengan ukuran molekul lebih kecil, berantai lurus, dan mempunyai sifat hampir sama dengan bahan bakar diesel petrokimia.

2.2 Biji Karet

Tanaman karet merupakan tanaman berbuah polong (diselaputi kulit yang keras) yang sewaktu masih muda buahnya berpaut erat dengan rantingnya. Buah karet dilapisi oleh kulit tipis berwarna hijau dan didalamnya terdapat kulit yang keras dan berbilik. Tiap kotak berisi sebuah biji yang dilapisi tempurung, setelah tua warna kulit akan berubah menjadi kecoklatan kemudian mengering menjadi keabu-abuan.

Minyak biji karet merupakan salah satu jenis minyak mengering (*drying oil*), yakni minyak yang mempunyai sifat dapat mengering jika terkena oksidasi dan akan berubah menjadi lapisan tebal, bersifat kental dan membentuk sejenis selaput jika dibiarkan di udara terbuka. Penggolongan minyak biji karet ke dalam kelompok minyak mengering berdasarkan jumlah bilangan iod yang dimiliki yaitu lebih dari 130 (Budiman dkk., 2014).

Kandungan yang terdapat pada minyak pada biji karet sebesar 45-50%, dengan komposisi 17-22% asam lemak jenuh yang terdiri atas asam palmitat, stearat,

arakhidat, serta asam lemak tidak jenuhnya sebesar 77-82% yang terdiri atas asam oleat, linoleat, dan linolenat. Komposisi asam lemak dari minyak biji karet mengandung setidaknya 27% protein, 40-50% lemak, 2,4% abu, dan 3,6% air. Akan tetapi, minyak biji karet memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi. Minyak dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi kurang ekonomis untuk diolah menjadi biodiesel menggunakan proses konvensional berkatalis basa karena adanya reaksi samping penyabunan. Komposisi asam lemak yang terkandung pada minyak biji karet dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi asam lemak pada minyak biji karet

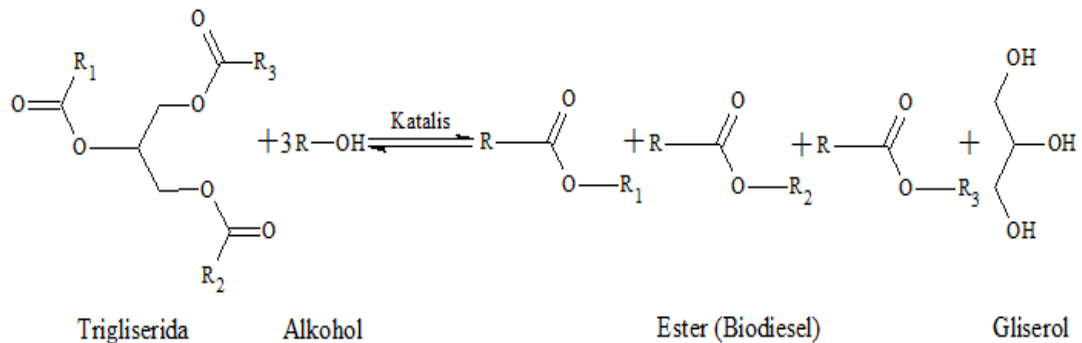
Asam Lemak	Gugus Alkil	Komposisi (%berat)
Asam Oleat	18:1	28 – 30
Asam Linoleat	18:2	33 – 35
Asam Linolenat	18:3	20 – 21
Asam Palmitat	16:0	7 – 8
Asam Arakhidat	20:0	0,5
Asam Stearat	18:0	9 – 10

Sumber: Mittelbach and Remschmidt, 2006

2.3 Reaksi Transesterifikasi

Umumnya, biodiesel diproduksi dengan cara transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi antara gliserida yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewan dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol (Pandiangan *et al.*, 2021) menghasilkan alkil ester asam lemak (biodiesel) dan gliserol. Reaksi transesterifikasi adalah reaksi reversibel dengan alkohol yang berlebih yang biasanya digunakan untuk menggeser kesetimbangan ke arah produk. Stoikiometri untuk reaksi adalah 1:3 (minyak terhadap alkohol). Namun, dalam praktiknya, rasio tersebut harus lebih tinggi daripada rasio stoikiometri tersebut untuk meningkatkan *yield* biodiesel. Transesterifikasi terdiri dari tiga reaksi yang berurutan. Tahap pertama adalah konversi trigliserida menjadi digliserida diikuti dengan konversi digliserida menjadi monogliserida, dan akhirnya monogliserida menjadi gliserol, menghasilkan satu molekul ester dari

masing-masing gliserida pada setiap tahap (Jabbari, 2018). Tahapan reaksi yang terjadi pada proses transesterifikasi dapat dilihat pada Gambar 1.



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

Reaksi transesterifikasi adalah reaksi kesetimbangan, alkohol harus lebih banyak daripada minyak untuk mendukung reaksi sehingga menghasilkan konversi yang sempurna dari minyak ke alkil ester. Reaksi transesterifikasi yang berhasil ditandai dengan pemisahan produk yang mudah dan efektif setelah waktu reaksi. Temperatur dan jumlah katalis juga mempengaruhi laju transesterifikasi dan *yield* alkil ester. Namun, alkohol yang terlalu berlebih (di luar nilai optimum) juga akan menyebabkan kesulitan dalam pemisahan produk dan itu sebabnya harus selalu ada optimalisasi rasio untuk produksi yang efisien (Gebremariam and Marchetti, 2017). Reaksi transesterifikasi juga dipengaruhi oleh jumlah air, asam lemak bebas, jenis alkohol yang digunakan, perbandingan molar alkohol-minyak, suhu pengadukan dan jenis katalisnya (Hikmah dan Zuliyana, 2015). Akan tetapi, reaksi transesterifikasi berjalan lambat, maka diperlukan katalis untuk menurunkan energi aktivasi dan mempercepat reaksi.

2.4 Katalis

Katalis merupakan zat yang memberikan rute alternatif reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi sehingga dapat mempercepat laju reaksi (Joshi and

Renade, 2016). Katalis terlibat dalam reaksi, meskipun tidak secara permanen. Keadaan kimia katalis dalam interaksinya dengan reaktan tetap tidak berubah pada akhir reaksi sehingga dihasilkan kembali pada akhir reaksi tanpa bergabung dengan senyawa produk. Proses reaksi dengan menggunakan katalis dikenal dengan reaksi katalisis. Dalam mempercepat proses reaksi, suatu katalis berperan dalam menurunkan energi aktivasi (E_a). Energi aktivasi atau juga biasa disebut energi potensial merupakan energi minimum yang diperlukan sistem kimia untuk menjalankan reaksi kimia. Katalis tidak mempengaruhi kesetimbangan kimia (termodinamika reaksi) maupun komposisi kesetimbangan yang terkait dengan reaksi namun dapat mengubah laju reaksi (Joshi and Renade, 2016)

Secara umum, katalis yang baik harus memenuhi beberapa syarat yaitu dapat menjadi katalis pada reaksi transesterifikasi dan esterifikasi, tidak terdeaktivasi oleh air, stabil, aktif pada suhu rendah, dan memiliki selektivitas yang tinggi. Akan tetapi, dalam waktu tertentu penggunaan katalis dapat mengakibatkan penurunan aktivitas karena mengalami deaktivasi. Adanya deaktivasi ini diakibatkan karena adanya suatu pengotor. Karakteristik katalis dapat dipengaruhi oleh aktivitas dan selektivitas dari katalis itu sendiri. Ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam pemanfaatan katalis yaitu, aktivitas, selektivitas, waktu pakai dan kemudahan diregenerasi (Koh and Tinia, 2011). Katalis dalam bidang industri dapat berupa katalis padat dan katalis cair. Katalis padat biasanya lebih disukai karena tahap pemisahannya lebih mudah. Selain itu, katalis padat lebih ramah lingkungan dibandingkan katalis cair (Hindryawati *et al.*, 2014). Berbagai jenis katalis telah banyak digunakan dalam berbagai reaksi kimia. Berdasarkan fasanya, katalis dibedakan atas dua jenis:

1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah suatu katalis yang memiliki fasa yang sama dengan medium reaksi, dimana katalis akan bercampur (homogen) dengan zat pereaksi. Kekurangan dari katalis ini adalah katalis akan sukar dipisahkan dari produk pada akhir reaksi (Chen *et al.*, 2015). Beberapa contoh katalis homogen yang digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah KOH (Budiman dkk., 2014), NaOH (Hwidi *et al.*, 2018), H_2SO_4 , serta HCl (Jyoti *et al.*, 2018).

2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan mediumnya (katalis padat dan substrat adalah gas maupun cairan), dimana katalis tidak bercampur homogen dengan zat pereaksi. Kelebihan dari katalis ini yaitu memungkinkan pemisahan yang mudah dan penggunaan kembali, serta lebih stabil terhadap perlakuan panas dibandingkan katalis homogen (Raidah, 2012). Keunggulan lain dari penggunaan katalis heterogen dibandingkan katalis homogen antara lain mempunyai aktivitas tinggi, tidak korosif, ramah lingkungan, biaya pembuatannya murah (Pandiangan and Simanjuntak, 2013), efisiensinya yang tinggi, mudah digunakan dalam berbagai media, mudah memisahkan katalis dari campuran reaksi dan penggunaan ulang katalis. Beberapa jenis katalis heterogen yang digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah logam, oksida logam, oksida berpenyangga dan zeolit. Akan tetapi, untuk mendukung efektivitas dari katalis heterogen di dalam sebuah reaksi, beberapa bahan sering digunakan sebagai penyangga katalis tersebut seperti alumina aktif, zeolit, dan silika (Pandiangan *et al.*, 2021; Syani, 2014).

2.5 Katalis CaO Berpenyangga

Dalam reaksi transesterifikasi, penggunaan katalis basa heterogen lebih disukai karena katalis basa homogen bersifat korosif, dan sukar dipisahkan dari produk pada akhir reaksi (Chen *et al.*, 2015). Salah satu katalis oksida logam yang murah, mudah didapat dan sederhana untuk membuat katalis basa aktif adalah CaO. CaO adalah oksida logam yang diperoleh melalui reaksi dekomposisi CaCO_3 pada temperature tinggi antara 600 °C hingga 1000 °C (Marinković *et al.*, 2016). CaCO_3 ditemukan dalam bahan alami seperti batu kapur. Selain itu, ada beberapa sumber kalsium alami dari limbah yang dapat dimanfaatkan, seperti cangkang telur, cangkang kepiting, cangkang moluska, dan tulang (Darwis dkk., 2012). Pada penelitian ini, batu kapur digunakan sebagai sumber CaCO_3 . Batu kapur merupakan sedimen alami rumpun karbonat dan kebanyakan mengandung mineral

karbonat berupa CaCO_3 dan MgCO_3 dengan jumlah yang tinggi (Royani dkk., 2016). Selain murah dan mudah diperoleh, kelebihan CaO sebagai katalis basa aktif tidak beracun, memiliki nilai basa tinggi dan tidak mudah larut dalam produk biodiesel (Yan *et al.*, 2009).

CaO memiliki daya katalitik yang tinggi dalam reaksi transesterifikasi. Namun katalis CaO murni atau tunggal adalah katalis yang kurang stabil dan mudah dinonaktifkan diudara, serta hanya dapat digunakan dalam media dengan kadar air rendah dan nilai asam rendah (Ye *et al.*, 2018) selain itu, CaO dapat mengalami deaktivasi dengan adanya pelepasan (*leaching*) Ca sehingga dapat terjadi reaksi penyabunan (Kouzu and Hidaka, 2012; Pandiangan *et al.*, 2016). Aktivitas katalitik CaO dalam reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti luas permukaan (Solis *et al.*, 2016) dan kebasaaan katalis (Lee *et al.*, 2015). Cara yang umum ditempuh adalah dengan menopangkan CaO pada suatu penyangga yang akan mengikat CaO. Penyangga dimaksudkan untuk meningkatkan luas permukaan katalis, agar situs aktif logam dapat terdispersi dengan memadai sehingga mendapatkan aktivitas maksimum (Islam *et al.*, 2014). Material yang dapat digunakan sebagai penyangga biasanya material yang memiliki luas permukaan yang besar dan mempunyai ketahanan mekanis dan termal yang baik. Beberapa contoh penyangga yang sering digunakan adalah silika (Pandiangan and Simanjuntak, 2013), alumina (Evangelista *et al.*, 2012) dan zeolit (Wu *et al.*, 2013).

Berdasarkan hal tersebut, pada penelitian ini silika dipilih sebagai penyangga CaO karena mudah diperoleh dengan cara ekstraksi dari bahan-bahan yang banyak mengandung silika, salah satunya yakni batu apung (Sangeetha *et al.*, 2020). Penambahan silika sebagai penyangga katalis menyebabkan terjadinya dispersi fasa aktif yang dapat menyebabkan katalis dalam keadaan lebih stabil, selain itu dapat meningkatkan porositas serta aktivitas katalis yang menyebabkan peningkatan konversi produk (Keller *et al.*, 2016) sehingga katalis dengan kombinasi silika mampu bekerja menyerap molekul air dari bahan pada saat reaksi berlangsung.

Salah satu cara untuk memperoleh silika dari suatu bahan alam adalah dengan menggunakan metode ekstraksi. Metode ini dilakukan untuk memisahkan zat-zat terlarut antara dua cairan yang tidak saling mencampur. Melalui metode ekstraksi padat-cair (leaching) didapatkan silika quartz dari pasir alam sebesar 71,3% dengan fasa padatan berbentuk amorf (Munasir dkk, 2014). Melihat tingginya kandungan silika pada batu apung oleh peneliti lain, dan banyaknya keberadaan batu apung di Indonesia, merupakan alasan melakukan penelitian ini untuk mengekstraksi silika dari batu apung terutama yang terdapat di daerah Lampung. Pada penelitian ini, batu apung yang digunakan berasal dari Pantai Suak, Lampung Selatan.

2.6 Silika Batu Apung

Batu apung merupakan salah satu batuan yang terbentuk saat gunung berapi meletus menumpahkan lava dan bertemu dengan suhu yang lebih rendah yang membentuk beberapa batuan. Pada prosesnya batu apung terbentuk ketika lava panas dari dalam bumi meluap keluar dan bertemu dengan udara bebas kemudian akan membeku dengan cepat.

Batu apung memiliki banyak karakteristik berbeda seperti porositas tinggi (volume pori hingga 85%), kepadatan rendah, luas permukaan spesifik yang besar, inersia kimia dan batu apung merupakan material yang ramah lingkungan. Dalam beberapa penelitian terdapat beberapa kandungan dalam batu apung yakni seperti Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O , K_2O , MgO , dan SiO_2 . Selain itu juga didapatkan besar kandungan SiO_2 sebesar 66,34% dan Al_2O_3 sebesar 23,32% pada batu apung setelah proses ekstraksi (Sepher *et al.*, 2013). Batu apung banyak digunakan sebagai alternatif bahan pokok maupun campuran dalam dunia industri, salah satunya sebagai sumber silika dalam pembuatan zeolit sintetis (Mahaddila and Putra, 2013). Efisiensi batu apung hampir sama dengan adsorben mahal, seperti karbon aktif dan kitosan, dan biaya yang murah sama dengan silika gel, seperti zeolit alam.

2.7 Sintesis Katalis CaO/SiO₂ Dengan Metode Sol Gel

Katalis heterogen berpendukung silika yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi umumnya dipreparasi dengan metode sol gel (Pandiangan and Simanjuntak, 2013; Mohadesi *et al.*, 2014). Proses sol gel melibatkan hidrolisis terkontrol dan kondensasi prekursor yang dapat larut untuk membentuk sol, suatu suspensi homogen dari partikel oksida padat mikroskopik dalam cairan. Selanjutnya partikel sol dapat berkembang dan berkondensasi untuk membentuk polimer jaringan hingga terbentuk gel yang mengandung partikel yang terperangkap dalam pelarut. Adapun sumber yang mengatakan bahwasanya tahapan proses sol gel terbagi atas empat tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, *aging* atau pematangan, dan *drying* atau pengeringan (Bokov *et al.*, 2021)

Keuntungan yang diperoleh dengan melakukan sintesis material melalui metode sol-gel adalah padatan hasil sintesis memiliki tingkat homogenitas yang tinggi, luas permukaan yang besar serta volume pori dan distribusi ukuran pori yang merata (Arifiyana dan Murwani 2013). Selain itu, metode sol-gel dapat dilakukan pada suhu ruang dan mudah untuk dikontrol serta tidak memerlukan banyak biaya.

2.8 Karakterisasi Katalis

Analisis yang dilakukan terhadap katalis CaO/SiO₂ pada penelitian ini meliputi *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel, teori *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) untuk menjelaskan adsorpsi fisik molekul gas pada permukaan padat dan berfungsi sebagai dasar teknik analisis penting untuk pengukuran luas permukaan

spesifik bahan dan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui distribusi ukuran partikel pada sampel.

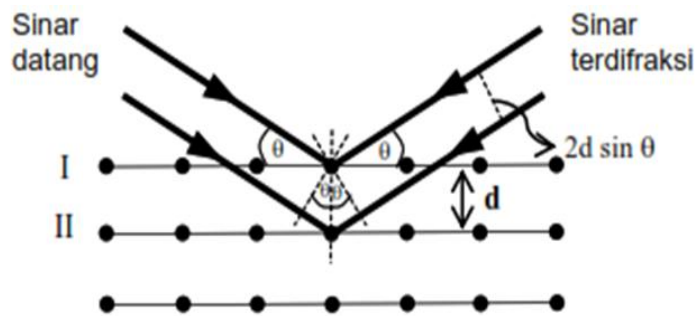
2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik non-destruktif yang kuat untuk mengkarakterisasi bahan kristal yang berfungsi membaca struktur, fase, orientasi kristal yang disukai (tekstur), dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran butir rata-rata, kristalinitas, regangan, dan cacat kristal (Bunaciu *et al.*, 2015). Prinsip dasar XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan terhamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif dan destruktif. Hamburan sinar yang berinterferensi inilah yang digunakan untuk analisis.

Istadi (2011) menjelaskan karakterisasi XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa mineral suatu katalis dan untuk menentukan kristalinitas dari suatu katalis. Difraktometer sinar-X terdiri dari tiga elemen dasar, yaitu: Tabung sinar-X, tempat sampel, dan detektor sinar-X. Dalam analisis XRD, kristal katalis memantulkan sinar X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas peak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ . Karakterisasi menggunakan XRD memberikan hasil berupa data yang berupa intensitas (I) dan besar sudut (2θ). Intesitas menunjukkan kristalinitas cuplikan, sedangkan 2θ menyatakan besar sudut difraksi, sesuai dengan Persamaan 1 di bawah ini:

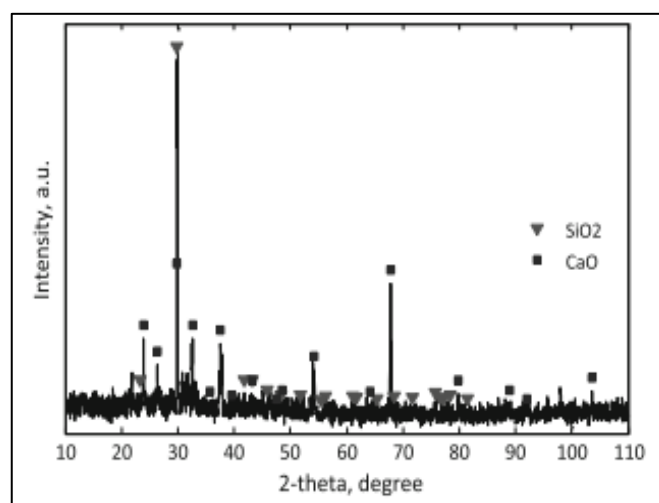
$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (1)$$

Pada analisis struktur material berbasis bahan alam ini, digunakan alat difraktometer, yang prinsip kerjanya seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraksi sinar-x pada bidang atom (Alfarisa dkk., 2018).

Informasi yang dapat diperoleh dari data difraksi sinar X ini yaitu: (1) Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan; (2) intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan; (3) bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi. Pada penelitian ini katalis yang digunakan yakni CaO/SiO_2 , seperti yang telah dilaporkan oleh (Moradi *et al.*, 2014) pola XRD CaO/SiO_2 puncak difraksi utama milik SiO_2 menyajikan puncak difraksi utama pada $2\theta = 23,365^\circ$; $29,808^\circ$; $41,784^\circ$; dan $43,294^\circ$, dan CaO menampilkan puncak difraksi utama pada $2\theta = 23,988^\circ$; $29,777^\circ$; $32,665^\circ$; $37,642^\circ$; dan $67,798^\circ$. Seperti terlihat pada Gambar 3.

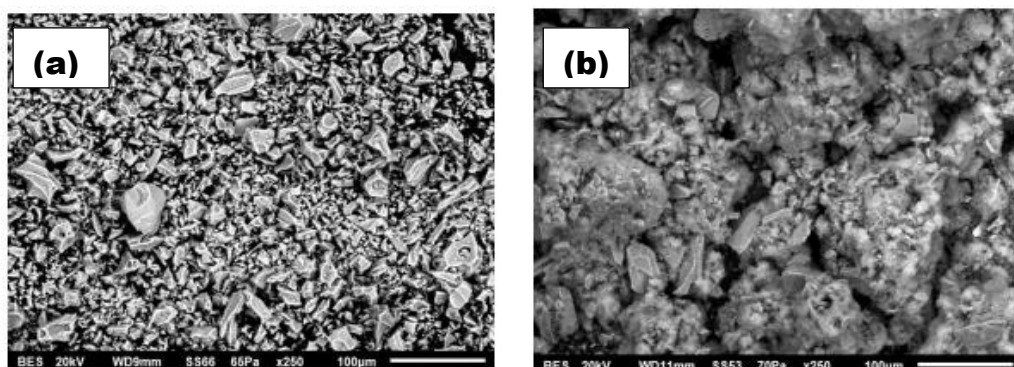


Gambar 3. Difaktogram katalis CaO/SiO_2 (Moradi *et al.*, 2014)

2.8.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung, SEM memiliki perbesaran 10-3.000.000 kali, *depth of field* 4-0.4 mm dan resolusi sebesar 1-10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, *depth of field* yang besar, resolusi yang baik, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri (Prasetyo, 2011). Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT). Ada beberapa sinyal yang penting yang dihasilkan oleh SEM. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal *backscattered electron* (Bayuseno, 2014).

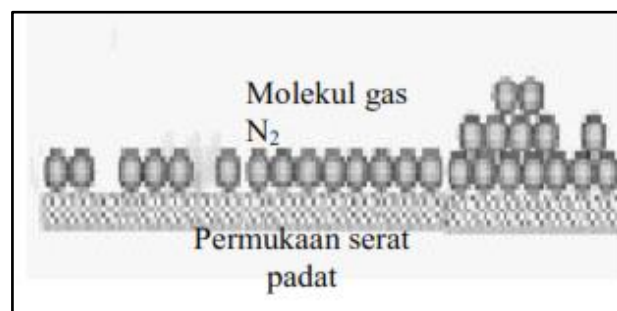


Gambar 4. Hasil foto SEM. (a) Sampel A dengan kalsinasi 450 °C. (b) Sampel B dengan kalsinasi 800 °C (Trianasari *et al.*, 2017).

Berdasarkan hasil foto SEM (Gambar 4), menunjukkan mikrostruktur dari permukaan sampel A dan B. Mikrostruktur yang dihasilkan untuk sampel A menunjukkan butir-butir yang lebih homogen dengan bentuk bermacam-macam dan batas antar butirnya cukup jelas. Hal ini diduga karena sampel dikalsinasi pada temperatur yang relatif rendah, yaitu 450 °C. Mikrostruktur sampel B menunjukkan adanya aglomerasi dengan kehadiran partikel-partikel kecil dengan ukuran butir yang tidak homogen. Aglomerasi ini dapat muncul sebagai akibat pengaruh kalsinasi pada suhu 800 °C (Trianasari *et al.*,2017).

2.8.3 Brunauer Emmett-Teller (BET)

BET disebut juga sebagai *surface area analyzer* yang digunakan untuk mengkarakterisasi suatu material dengan tujuan menentukan luas permukaan dari suatu material, struktur pori, distribusi ukuran 46 pori dari material, dan pengukuran isotherm adsorpsi suatu gas pada bahan (Walton and Randall, 2007). Luas permukaan, volume total pori, dan rata rata jari-jari pori merupakan faktor penentu kerja suatu katalis. Karakterisasi BET umumnya menggunakan nitrogen atau N₂, karena ketersediannya dalam kemurnian tinggi dan interaksi yang kuat dengan sebagian besar padatan. Cara kerja BET dapat dilihat pada Gambar 5



Gambar 5. Penyerapan molekul gas nitrogen oleh permukaan serat padat (Mihrianyan, 2005).

Karakterisasi BET juga dapat mengetahui hubungan perubahan volume pori per gram sampel (cc/nm/g) terhadap diameter pori (nm) adsorpsi dan desorpsi yang didapat dari data distribusi ukuran pori CaO/SiO₂. Luas permukaan spesifik (SSA) sampel dapat dihitung menggunakan Persamaan 2.

$$SSA = \frac{SA}{M} \quad (2)$$

Keterangan:

SSA = *specific surface area* atau luas permukaan spesifik (m²/g)

SA = *total surface area* atau luas permukaan total (m²)

M = massa sampel (g)

2.8.4 Particle Size Analyzers (PSA)

PSA digunakan untuk menentukan ukuran partikel, dimana partikel didispersikan ke dalam media cair sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari partikel tunggal. Data ukuran partikel yang didapatkan berupa tiga distribusi yaitu intensitas, nomor, dan volume distribusi sehingga dapat diasumsikan menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Nikmatin *et al.*, 2011).

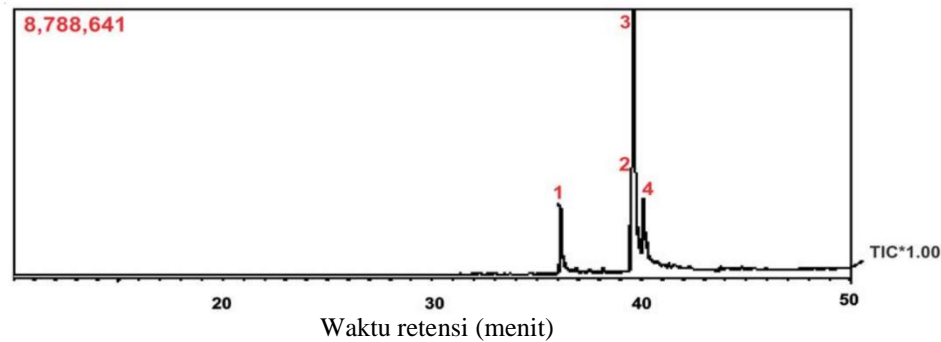
Metode pengukuran distribusi ukuran nanopartikel menggunakan PSA dinilai lebih akurat dalam menentukan distribusi ukuran partikel dibandingkan metode analisa gambar. Metode PSA merupakan metode dengan prinsip hamburan cahaya dinamis (DLS). Metode pengukuran menggunakan PSA dapat berupa metode basah dengan menggunakan media pendispersi serta metode kering dengan memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Umumnya pengukuran partikel dengan menggunakan PSA menggunakan metode basah, agar partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Prinsip penggunaan dengan metode basah tersebut membuat PSA mampu mengukur ukuran partikel dari partikel tunggal. Hasil

pengukuran dalam bentuk distribusi sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Hasan, 2012).

2.9 Analisis Produk Hasil Transesterifikasi

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dikarakterisasi lebih lanjut untuk mendapatkan data mengenai karakteristik biodiesel. Pada penelitian ini biodiesel dikarakterisasi menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS). *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS) merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) dan spektrometri massa (MS). Kromatografi gas merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya yang menggunakan gas sebagai fasa gerak, sedangkan spektroskopi massa merupakan suatu metode yang berguna untuk menjelaskan atau menganalisis struktur molekul dari suatu senyawa biologis atau analit (Al-rubaye *et al.*, 2017).

Prinsip kerja dari GC-MS ini adalah gas pembawa yang berperan sebagai fasa gerak diatur menggunakan tekanan tertentu lalu dialirkan secara konstan melalui kolom yang berisi fasa diam. Kemudian sampel biodiesel (FAME) di injeksikan ke *injector*. Maka komponen-komponen dalam sampel akan menjadi uap dan dibawa oleh aliran gas pembawa menuju kolom. Komponen-komponen tersebut akan teradsorpsi oleh fasa diam pada kolom, kemudian akan merambat dengan kecepatan berbeda sehingga terjadi pemisahan. Komponen terpisah akan menuju *detector* yang menghasilkan sinyal listrik yang kemudian oleh *recorder* dituliskan dalam bentuk kromatogram berupa puncak (*peak*). Contoh umum dari GC kromatogram sampel ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Kromatogram GC dari produk transesterifikasi minyak biji karet (Pandiangan *et al.*, 2017).

2.10 Sifat-Sifat Penting Biodiesel

Analisis terhadap sifat fisik dan kimia produk biodiesel dilakukan untuk menentukan kualitas biodiesel. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015, beberapa sifat-sifat penting yang digunakan sebagai standar kelayakan biodiesel pada penelitian ini adalah viskositas, densitas, titik nyala, dan kadar air.

2.10.1 Viskositas

Viskositas adalah ukuran hambatan cairan untuk mengalir secara gravitasi, untuk aliran gravitasi di bawah tekanan hidrostatis, tekanan cairan sebanding dengan kerapatan cairan (Mahfud *et al.*, 2020). Viskositas yang tinggi atau fluida yang memiliki kekentalan yang tinggi akan mengakibatkan kecepatan alirannya lambat sehingga mempengaruhi proses atomisasi bahan bakar pada ruang bakar.

Viskositas yang tinggi juga dapat mempengaruhi proses pengkabutan. Viskositas fluida didefinisikan dalam dua cara yang berbeda yaitu viskositas dinamis dan viskositas kinematik.

Viskositas kinematik menjadi parameter utama dalam penentuan mutu metil ester, karena memiliki pengaruh besar terhadap efektivitas metil ester sebagai bahan bakar. Minyak nabati memiliki viskositas jauh lebih besar dibanding viskositas

bahan bakar diesel yang menjadi kendala penggunaan langsung minyak nabati sebagai bahan bakar (Sumangat dan Hidayat, 2008).

2.10.2 Densitas

Densitas atau massa jenis adalah pengukuran massa setiap satuan volume benda. Densitas akan meningkat dengan menurunnya rantai panjang dan meningkatnya jumlah ikatan rangkap, hal ini menyatakan bahwa bahan bakar kaya akan senyawa tak jenuh. Berdasarkan Badan Standar Nasional Indonesia standar biodiesel SNI 7182-2015 yaitu sekitar 850-890 kg/m³. Semakin besar massa suatu benda maka densitas (masa jenis) semakin besar. Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi densitas yaitu suhu. Suhu yang tinggi menyebabkan rendahnya kerapatan suatu zat dikarenakan molekul-molekul yang berikatan akan terlepas. Namun kenaikan suhu dapat menyebabkan volume zat bertambah sehingga massa jenis dan volume suatu zat memiliki hubungan yang berbanding terbalik (Anjarsari, 2015). Massa jenis dapat ditulis menggunakan Persamaan 3.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3)$$

Keterangan:

ρ = massa jenis (kg/m³)

m = massa (kg)

V = volume (m³)

2.10.3 Titik Nyala (*Flash Point*)

Titik nyala merupakan suhu terendah ketika uap suatu zat bercampur dengan udara dan mengakibatkan nyala sebentar kemudian mati. Titik nyala digunakan sebagai mekanisme untuk membatasi jumlah alkohol sisa dalam bahan bakar. Biodiesel murni memiliki titik nyala yang lebih tinggi dari batasnya dan adanya

alkohol sisa reaksi akan menurunkan titik nyala biodiesel (Budiman dkk., 2014). *Flash point* dapat ditentukan secara eksperimental dengan cara memanaskan cairan biodiesel didalam wadah dan diuji. Jika bunga api muncul saat cairan yang diuji dipanaskan, itu menunjukkan bahwa suhu cairan telah memenuhi standar ASTM D-445 (Wahyuni *et al.*, 2015).

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan selama 6 bulan (Oktober 2022-April 2023) di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi dan analisis sampel dilakukan di beberapa tempat institusi yakni karakterisasi BET yang dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung (ITB), karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Sepuluh November (ITS), karakterisasi PSA dilakukan di Universitas Padjadjaran, karakterisasi menggunakan SEM yang dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, serta analisis biodiesel menggunakan GC-MS yang dilakukan di Laboratorium Universitas Islam Indonesia

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, neraca analitik, oven, viskometer, perangkat refluks, penangas, *magnetic stirrer*, termometer, peralatan gelas, spatula, alat *press* minyak, teflon, tanur, cawan porselin, saringan mesh, mortar dan alu. Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen *Scanning Electron Microscope* (SEM) tipe ZEISS EVO MA 10, *X-Ray Diffraction* (XRD) tipe Xpert MPD, *Particle Size Analyzers* (PSA) tipe Beckmen Coulter LS 13 320,

dan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) tipe Quantachrome Instruments. Analisis produk transesterifikasi dilakukan menggunakan GC-MS tipe QP2010S SHIMADZU.

3.2.2 Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji karet, batu apung, batu kapur, metanol, larutan HNO_3 3 M, larutan NaOH 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; dan 4,0 M, larutan HCl 1M, akuades, kertas saring, dan pH indikator universal.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi Batu Apung

Pada penelitian ini, batu apung yang diambil berasal dari pinggir pantai Suak, Kalianda, Lampung Selatan. Langkah awal yang dilakukan adalah preparasi batu apung. Batu apung dibersihkan dari pengotor dengan direndam menggunakan air, lalu dicuci secara berulang menggunakan akuades dan disikat pada beberapa bagiannya untuk menghilangkan pengotor yang masih menempel pada permukaan batu apung. Kemudian batu apung yang telah bersih dari pengotor dikeringkan di bawah sinar matahari selama 12 jam. Dan dikeringkan kembali dengan menggunakan oven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 jam. Batu apung yang sudah kering dihaluskan kemudian diayak dengan saringan mesh berukuran 150 nm, dicuci kembali dengan akuades dan dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama semalam. Batu apung yang telah menjadi serbuk selanjutnya dilakukan pemurnian dengan menambahkan 150 mL HCl dan *diaging* selama 24 jam, lalu disaring, dan dicuci dengan akuades, dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$, dan selanjutnya serbuk batu apung tersebut siap diekstrak untuk mendapatkan silika.

3.3.2 Ekstraksi Silika Batu Apung

Serbuk batu apung sebanyak 10 gram diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dalam 150 mL NaOH dengan konsentrasi 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; dan 4,0 M dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 24 jam pada suhu 100 °C. Natrium silikat yang terbentuk *diaging* semalaman, selanjutnya disaring dan filtratnya diambil. Kemudian filtrat dititrasi menggunakan larutan HNO₃ 3 M hingga pH netral dan menghasilkan silika gel berwarna putih. Gel silika *diaging* selama 4 jam, selanjutnya dicuci dengan akuades panas, dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 24 jam. Hasil silika dihaluskan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD.

3.3.3 Preparasi CaO dari Batu Kapur

Batu kapur yang diperoleh dari Halaban, Sumatera Barat dibersihkan dari pengotor menggunakan air aquades lalu dikeringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu 100 °C. Setelah kering, batu kapur digerus menggunakan mortar dan alu hingga diperoleh serbuk kapur yang selanjutnya akan disaring menggunakan ayakan mesh berukuran 200 nm. Serbuk kapur yang telah lolos ayakan kemudian dikalsinasi dengan suhu 600 °C selama 6 jam.

3.3.4 Sintesis Katalis CaO/SiO₂ dengan Metode Sol-Gel

Preparasi katalis heterogen CaO/SiO₂ dilakukan dengan metode sol-gel seperti pada penelitian sebelumnya (Pandiangian *et al.*, 2016; Mohadesi *et al.*, 2014). Sebanyak 20 gram silika kering hasil ekstraksi dilarutkan ke dalam 600 mL larutan NaOH 1,5% kemudian larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai terbentuk sol silika. Selanjutnya ke dalam sol silika tersebut ditambahkan dopan CaO yang telah dilarutkan dalam HNO₃ pekat. CaO diperoleh dari hasil kalsinasi

batu kapur pada suhu 600 °C. Sintesis dilakukan dengan komposisi CaO/SiO₂ 1:5 sesuai pada penelitian sebelumnya (Pandiangan *et al*, 2016). Larutan tetap diaduk dengan pengaduk magnetik supaya distribusi logam merata di dalam larutan, pH dikontrol hingga terjadi pembentukan gel. Gel disaring dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan air. CaO-silika kering kemudian dihaluskan dan selanjutnya dikalsinasi selama enam jam pada suhu bervariasi sebesar 500, 600, 700, 800, dan 900 °C. Selanjutnya CaO/SiO₂ digerus hingga diperoleh katalis dalam bentuk bubuk.

3.3.5 Karakterisasi Katalis CaO/SiO₂

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

3.3.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristalografi sampel katalis CaO/SiO₂, apakah bersifat amorf atau kristalin. Data difraktogram akan memberikan informasi mengenai struktur ataupun fasa berdasarkan letak sudut 2θ . Karakterisasi XRD pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Material Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), mengikuti prosedur yang diterapkan oleh institusi tersebut. Difraktometer yang digunakan yaitu tipe Xpert MPD. Pola XRD dihasilkan setelah pemindaian radiasi Cu-K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) dengan energi 40 kV dan arus 30 mA. Pola direkam pada sudut (2θ) dengan rentang 0-50°.

3.3.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk memberikan informasi tentang morfologi permukaan sampel. Pada penelitian ini karakterisasi SEM dilakukan di

UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT), dengan mengikuti prosedur yang diterapkan oleh institusi tersebut. Alat SEM yang digunakan yaitu ZEISS EVO MA 10, yang dioperasikan pada 8 kV dengan tegangan percepatan elektron 20 kV. Katalis CaO/SiO₂ hasil sintesis dipindai pada perbesaran 1.000; 5.000; 10.000x, dan 15.000x untuk mendapatkan tampilan permukaan yang lebih baik.

3.3.5.3 *Brunauer-Emmett-Teller (BET)*

BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori dari sampel katalis CaO/SiO₂. Karakterisasi BET dilakukan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung (ITB), dengan mengikuti prosedur yang diterapkan oleh institusi tersebut. Katalis CaO/SiO₂ hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan BET tipe Quantachrome Instruments, dengan nitrogen sebagai adsorben pada temperatur 77,35 K dan Cross Section Area 16.200 Å².

3.3.5.4 *Particle Size Analyzer (PSA)*

Karakterisasi menggunakan PSA bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dari katalis CaO/SiO₂ hasil sintesis yang akan digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak biji karet. Karakterisasi PSA dilakukan di Laboratorium Sentra Universitas Padjadjaran mengikuti prosedur yang diterapkan oleh institusi tersebut. Alat yang digunakan yaitu PSA tipe Beckmen Coulter LS 13 320 dengan akuades sebagai pendispersinya. Sampel berupa serbuk yang didispersikan dalam media cair, kemudian diperoleh berupa kurva distribusi ukuran partikel..

3.3.6 Ekstraksi Minyak Biji Karet

Langkah-langkah yang dilakukan untuk mengekstrak minyak biji karet yaitu pertama-tama biji karet dikupas dan dipisahkan dari cangkang luarnya kemudian dipisahkan dari cangkang bijinya, selanjutnya dikeringkan di bawah sinar matahari sampai kering. Sebelum dilakukan pengepresan untuk memperoleh minyak biji karet, biji karet kering dimasukkan ke dalam oven selama 20 menit pada suhu 80 °C untuk menghilangkan kadar air yang masih tersisa dalam biji karet. Pengambilan minyak dari biji karet dilakukan dengan menggunakan mesin pres. Kemudian hasil yang diperoleh disaring untuk memisahkan minyak dan ampasnya. Selanjutnya, minyak biji karet siap digunakan untuk proses transesterifikasi.

3.3.7 Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Karet

Pada penelitian ini masing- masing katalis CaO/SiO₂ dengan komposisi massa 1:5 yang dikalsinasi pada suhu 500, 600, 700, 800, dan 900 °C digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak biji karet dengan metanol. Fokus kajian penelitian ini dititikberatkan pada pengaruh perbandingan minyak dan metanol, jumlah katalis, dan waktu reaksi transesterifikasi terhadap jumlah rendemen reaksi.

Proses transesterifikasi dilangsungkan dalam reaktor berukuran 250 mL. Reaktor dilengkapi dengan kondensor, termometer, dan *magnetic stirrer*. Percobaan dilakukan dengan menggunakan volume minyak yang konstan yakni 25 mL yang terdiri dari 20 mL minyak biji karet dan 5 mL minyak kelapa sebagai ko-reaktan, kemudian ditambahkan 150 mL metanol, katalis CaO/SiO₂ sebanyak 10% dari massa minyak (25 mL), serta ditambahkan katalis homogen H₂SO₄ sebanyak 1 mL dan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor transesterifikasi. Transesterifikasi dilakukan pada suhu konstan 70 °C selama 6 jam.

Katalis terbaik ditentukan berdasarkan persen konversi minyak menjadi metil ester dan selanjutnya digunakan untuk penentuan pengaruh variabel kinetis lainnya yakni nisbah metanol terhadap minyak biji karet, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi.

3.3.7.1 Pengaruh Perbandingan Nisbah Metanol Terhadap Minyak Biji Karet

Variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi, yakni rasio minyak/metanol, kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini dilakukan dengan variasi rasio minyak/metanol yang digunakan adalah dengan volume minyak sebagai variabel tetap yakni digunakan sebanyak 25 mL, sedangkan volume metanol divariasikan menjadi 50, 75, 100, 125 dan 150 mL, dan jumlah katalis sebesar 10% dari massa minyak. Pada uji reaksi transesterifikasi, metanol, katalis, dan pengaduk magnet dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang selanjutnya direfluks selama 6 jam pada suhu 70 °C.

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

3.3.7.2 Pengaruh Jumlah Katalis

Dalam penelitian ini, variasi jumlah katalis yang digunakan adalah 5; 7,5; 10; 12,5 dan 15% dari massa minyak (25 mL). Setelah diperoleh kondisi optimum dari variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi yakni rasio metanol/minyak, selanjutnya dilakukan percobaan seperti sebelumnya untuk menentukan jumlah

katalis optimum. Jumlah katalis yang menghasilkan konversi minyak terbanyak merupakan jumlah katalis optimum.

3.3.7.3 Pengaruh Waktu Reaksi Transesterifikasi

Untuk menentukan waktu reaksi optimum, dilakukan percobaan menggunakan katalis yang memiliki kondisi optimum pada pengaruh jumlah katalis. Waktu transesterifikasi bervariasi yakni 2, 3, 4, 5 dan 6 jam dengan mengadopsi metode penelitian yang telah dilakukan (Pandiangan *et al.*, 2017).

3.3.8 Analisis Biodiesel

Karakterisasi biodiesel dilakukan menggunakan GC-MS dan uji kualitas biodiesel meliputi viskositas, densitas, dan titik nyala (*flash point*).

3.3.8.1 Gas Chromatography - Mass Spectroscopy (GC-MS)

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak biji karet dianalisis menggunakan *Gas Chromatography - Mass Spectroscopy* (GC-MS) (Yanuar *et al.*, 2016). Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi komponen dalam produk, dan secara khusus untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat dalam minyak nabati mampu diubah menjadi monoester. Adapun langkah-langkah analisis menggunakan GC-MS sebagai berikut:

1. GC-MS dinyalakan dan diatur seluruh komponennya yang terkait pada power berturut-turut *Ion Gauge* (I.G.), MS, GC dan gas He dialirkan. Kemudian komputer, monitor, dan printer dihidupkan hingga sampel sebanyak 1 μ L siap diinjeksikan dan dijalankan.
2. Tampilan analisis diatur dengan memilih menu *Class-5000*, klik *vacuum control*, dan *auto start up* dijalankan.

3. Data sampel diisikan atau *sample login* ditekan sambil menunggu GC-MS pada monitor dalam kondisi siap. Temperatur injektor kolom, dan detector diatur, kemudian ditunggu hingga tekanan vakum mencapai kurang dari 5 kPa.
4. Tombol *Tuning* diaktifkan, diklik *auto tune*, *load method* yang digunakan. Kemudian klik *start* dan ditunggu beberapa saat sampai hasilnya tercetak setelah selesai klik *close tuning*.
5. *Method development* diaktifkan, parameter GC dan parameter MS diatur. *Save method* yang telah dideskripsikan, kemudian klik *exit*.
6. *Real time analysis* diaktifkan, parameter *single sample* dipilih, dan diisi dengan deskripsi yang diinginkan
7. *Send parameter* ditunggu sampai GC dan MS siap. Sampel diinjeksikan sebanyak 1 μL ke dalam *autoinjector*.
8. Analisis ditunggu hingga selesai.
9. *Post run analysis* diaktifkan, kemudian pilih *browser* untuk analisis sampel secara kualitatif.
10. Dilakukan pengaturan *peak top comment (peak label)*, dan reintegrasi *load file* yang di analisis. Kemudian dipilih *display spectrum search* pada puncak tertentu dan dilakukan *report* pada bagian yang diinginkan.
11. Suhu injektor, kolom dan detektor pada monitor GC-MS didinginkan hingga mencapai suhu ruangan (30°C). *Vacuum control* diklik dan dilakukan *auto shut down* apabila analisis sudah tercapai. Perangkat alat dimatikan dengan urutan komputer, GC, MS, IG, dan gas He

3.3.8.2 Uji Kualitas Biodiesel

a. Viskositas

Viskositas merupakan pengukuran yang menyatakan kekentalan dari suatu cairan atau fluida. Pada penelitian ini viskometer yang digunakan adalah viskometer Ostwald. Langkah-langkah dalam analisis viskositas adalah sebagai berikut:

1. Viskometer Ostwald yang akan digunakan terlebih dahulu dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C.
2. Viskometer diisi dengan sampel pada suhu kamar.
3. Atur ketinggian sampel dengan kapiler disesuaikan dengan menggunakan pompa hisap hingga melebihi sedikit garis batas viskometer.
4. Sampel kemudian dibiarkan turun serta dihitung waktu sampai tanda batas.
5. Waktu yang diukur adalah waktu minus untuk melewati dari sasaran pertama menuju waktu sasaran kedua.
6. Waktu alir diukur sampai diperoleh nilai konstan (3-4 kali pengukuran).

b. Densitas

Penentuan densitas dilakukan berdasarkan prinsip kerja yaitu perbandingan massa sampel tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Berikut prosedur yang dilakukan untuk menentukan densitas dari biodiesel:

1. Piknometer kosong dicuci, lalu dikeringkan di dalam oven, ditimbang setelah kering, dan dicatat beratnya.
2. Sampel biodiesel dimasukkan kedalam piknometer yang telah ditimbang sebelumnya, ditimbang ulang, dan dicatat beratnya. Berat sampel sama dengan selisih antara piknometer kosong dengan piknometer yang berisi biodiesel.
3. Densitas sampel biodiesel dihitung menggunakan Persamaan 4.

$$\rho_{biodiesel} = \frac{m_2 - m_1}{v_{piknometer}} \quad (4)$$

c. Titik Nyala (*flash point*)

Berikut langkah-langkah untuk analisis *flash point* bahan bakar cair:

1. Siapkan cawan, lalu dibersihkan dan dikeringkan sebelum digunakan.
2. Sampel dimasukkan ke dalam cawan hingga batas yang telah ditentukan.

3. Panaskan cawan menggunakan bunsen dan pada bibir cawan di bakar perlahan sambil diukur temperatur sampel.
4. Proses ini dilakukan hingga muncul nyala api pada sampel.
5. Setelah muncul nyala api, temperatur sampel dicatat sebagai hasil titik nyala sampel.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa

1. Katalis CaO/SiO₂ dengan massa 1:5 yang bersumber dari silika batu apung dan batu kapur berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel.
2. Katalis CaO/SiO₂ berhasil disintesis dengan dibuktikan dengan hasil karakterisasi XRD yang menunjukkan puncak kristal dan mineral yang diperoleh yaitu *wollastonite*, hasil ini didukung oleh karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan struktur gumpalan (*cluster*) pada kristalnya. Hasil karakterisasi menggunakan BET terhadap katalis CaO/SiO₂ 1:5 kalsinasi 800 °C menghasilkan padatan mesopori. Hasil karakterisasi menggunakan PSA terhadap katalis CaO/SiO₂ 1:5 kalsinasi 800 °C memperoleh ukuran rata-rata diameter katalis sebesar 49,65 µm, serta memperoleh nilai span sebesar 1,977 µm.
3. Hasil sintesis katalis CaO/SiO₂ 1:5 dengan variasi suhu kalsinasi menunjukkan bahwa pada suhu kalsinasi 800 °C katalis memiliki aktivitas katalitik yang baik dibandingkan pada suhu kalsinasi 700 °C yang dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi katalis maka akan menghasilkan tingkat aktivitas katalitik yang semakin baik
4. Hasil uji aktivitas transesterifikasi terbaik terhadap minyak biji karet ditunjukkan pada katalis CaO/SiO₂ 1:5 dengan suhu kalsinasi 800 °C dengan persen konversi 100 % pada nisbah minyak:metanol 1:6, jumlah katalis 2,5 %, waktu reaksi 6 jam, dan penambahan minyak kelapa sebagai ko-reaktan, serta penambahan katalis homogen H₂SO₄ 1 mL.

5. Hasil analisis biodiesel menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa kandungan tertinggi dari produk transesterifikasi minyak biji karet yakni metil oleat sebesar 62,66 % dan metil palmitat sebesar 11,37 dan berdasarkan hasil uji densitas, viskositas, dan titik nyala pada biodiesel menunjukkan bahwa biodiesel belum memenuhi standar SNI 7182:2015.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian ini, terdapat beberapa saran yang perlu dilakukan untuk perkembangan penelitian selanjutnya yaitu:

1. Memperhatikan faktor-faktor yang dapat mempengaruhi proses ekstraksi dan sintesis seperti memperhatikan kualitas dari bahan baku, dan kondisi reaksi agar diperoleh katalis CaO/SiO_2 dengan kemurnian dan kualitas yang lebih tinggi dari sebelumnya.
2. Melakukan uji fisik yang meliputi viskositas, densitas, dan titik nyala terhadap biodiesel minyak biji karet dengan parameter sesuai standar SNI 7182-2015 dengan memperhatikan pengaruh-pengaruh seperti menghilangkan sisa metanol agar memperoleh hasil yang akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Adjiantoro, B., dan Mabruri, E. 2010. *Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi dengan Menggunakan Metoda Pelarutan Kimia*. Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI. Serpong
- Alfarisa, S., Rifai, D. A., dan Toruan, P. L. 2018. Studi Difraksi Sinar-X Struktur Nano Seng Oksida (ZnO). *Risalah Fisika*. Vol. 2 No. 2 53-57
- Al-rubaye, Fauzi, A., Hameed, I. H., and Kadhim, M. J. 2017. Uses of Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) Technique for Analysis of Bioactive Natural Compounds of Some Plants. *Review*.
- Anggia, D., M., dan Suprpto. 2016. Pemurnian Silika pada Abu Layang dari Pembangkit Listrik di Paiton (PT YTL) dengan Pelarutan Asam Klorida dan Aqua regia. *Jurnal Sains Dan Seni ITS*. Vol. 5 No. 2 2337-3520
- Anjarsari, L. 2015. *Desain dan Realisasi Alat Ukur Massa Jenis Zat Cair Berdasarkan Hukum Archimedes Menggunakan Sensor Fotodiode*. Universitas Lampung. Lampung.
- Arifiyana, D., dan Murwani, I. 2013. Pengaruh Doping Logam Fe pada CaF₂ terhadap Struktur Ca_{1-x}Fe_xF₂. *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, 2, No.2, 2337–3520: C-54–56.
- Astuti, N. K. D., Simpen, I. N., dan Suarsa, I. W. 2019. Transesterifikasi Minyak Biji Karet (*Hevea Brasiliensis*) Menggunakan Katalis Heterogen Cangkang Kepiting Limbah Seafood Termodifikasi K₂O. *Jurnal Kimia*, 13(1), 1.
- Atabani, A. E., Silitonga, A. S., Badruddin, I. A., Mahlia, T. M. I., Masjuki, H. H., and Mekhilef, S. 2012. A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(4), 2070–2093.

- Banurea, I. R., Setyawan, N., Yuliani, S., Herawati, H., and Hoerudin. 2021. Utilization of rice husk silica as solid catalyst in the transesterification process for biodiesel production. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 739(1).
- Bayuseno, S. O. W. 2014. Analisis Kegagalan Material Pipa Ferrule Nickel Alloy N06025 Pada Waste Heat Boiler Akibat Suhu Tinggi Berdasarkan Pengujian : Mikrografi Dan Kekerasan. *Jurnal Teknik Mesin Undip*, 1(4), 33–39.
- Bobade, S. N., and Khyade, V. B. 2012. Detail study on the Properties of Pongamia Pinnata (Karanja) for the Production of Biofuel. *Research Journal of Chemical Sciences Res.J.Chem.Sci*, 2(7), 2231–2606.
- Bokov, D., Turki Jalil, A., Chupradit, S., Suksatan, W., Javed Ansari, M., Shewael, I. H., Valiev, G. H., and Kianfar, E. 2021. Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. *Advances in Materials Science and Engineering 2021*. 1–4
- Budiman, A., Kusumaningtyas, R., Pradana, Y., dan Lestari, N. 2014. *Biodiesel, Bahan Baku, Proses, dan Teknologi* Gajah Mada University Press dan Anggota IKAPI.
- Bunaciu, A. A., Elena, G., and Hassan, Y. A. 2015. *Critical Reviews in Analytical Chemistry X-Ray Diffraction : Instrumentation and Applications X-Ray Diffraction : Instrumentation and Applications*. 8347.
- Chen, G. Y., Shan, R., Shi, J. F., and Yan, B. B. 2015. Transesterification of Palm Oil to Biodiesel Using Rice Husk Ash-Based Catalysts. *Fuel Processing Technology*, 133, 8–13.
- Darwis, Z., Afrizal, A., and Sriutami, E. R. 2012. Optimasi Konsentrasi Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam Negeri Dalam Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas* L) Sebagai Bahan Biodiesel. *JRSKT: Jurnal Riset Sains Dan Kimia Terapan*, 2(1), 142–146.
- Encinar, J. M., Gonzalez, J. F., Rodriguez, J. J., and Tejedor, A. 2002. Biodiesel Fuels from Vegetable Oils: Transesterification of *Cynara cardunculus* L. Oils with Ethanol. *Energy & Fuels*, 16, 443-450.

- Evangelista, J. P. C., Chellappa, T., Coriolano, A. C. F., Fernandes, V. J., Souza, L. D., and Araujo, A. S. 2012. Synthesis of alumina impregnated with potassium iodide catalyst for biodiesel production from rice bran oil. *Fuel Processing Technology*, 104, 90–95.
- Foroutan, R., Mohammadi, R., Esmaeili, H., Mirzaee Bektashi, F., and Tamjidi, S. 2020. Transesterification of Waste Edible Oils To Biodiesel Using Calcium Oxide Magnesium Oxide Nanocatalyst. *Waste Management*, 105, 373–383.
- Gashaw, A., Tewodros, G., and Abile, T. 2015. *A Review on Biodiesel Production As Alternative Fuel*. 4, 80–85.
- Gebremariam, S. N., and Marchetti, J. 2017. *Biodiesel Production Technologies: Review*. *AIMS Energy*. 3(3), 425-457.
- Hakim, A dan Mukhtadi, E. 2017. Pembuatan Minyak Biji Karet Dari Biji Karet Dengan Menggunakan Metode Screw Pressing: Analisis Produk Penghitungan Rendemen, Penentuan Kadar Air Minyak, Analisa Densitas, Analisa Viskositas, Analisa Angka Asam dan Analisa Angka Penyabunan. *METANA*. 13(1):13-22.
- Hartanto, D., Purbaningias, T.I., Fansuri, H., dan Prasetyoko, D. 2011 Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging. *Jurnal Ilmu Dasar*. 12(1):80-90.
- Hasan, M. 2012. *Modifikasi Nanopartikel Perak dengan Polivinil Alkohol untuk Meningkatkan Selektivitas dan Stabilitas Indikator Logam Tembaga (Cu): Uji Coba pada Mikroalga Merah*. Universitas Indonesia.
- Hikmah, M. N., dan Zuliyana, D. 2015. Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) Dari Minyak Dedak dan Metanol Estrans. *Jurnal Teknik Kimia*, 3(6), 1–43.
- Hindryawati, N., Maniam, G. P., Karim, M. R., and Chong, K. F. 2014. Transesterification of Used Cooking Oil Over Alkali Metal (Li, Na, K) Supported Rice Husk Silica as Potential Solid Base Catalyst. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 17(2), 95–103.

- Ho, W. W. S., Ng, H. K., Gan, S., and Tan, S. H. 2014. Evaluation of Palm Oil Mill Fly Ash Supported Calcium Oxide as a Heterogeneous Base Catalyst in Biodiesel Synthesis From Crude Palm Oil. *Energy Conversion and Management*, 88, 1167–1178.
- Hwidi, R. S., Izhar, T. N. T., Saad, F. N. M., Dahham, O. S., Noriman, N. Z., and Shayfull, Z. 2018. Characterization of Quicklime as Raw Material to Hydrated Lime: Effect of temperature on its characteristics. *AIP Conference Proceedings*, 2030(November).
- Innocent, D. S., O'Donnell, P. S., Y, M. F., Isioma, N., and Linus, N. O. 2013. Comparative Analysis of Biodiesel and Petroleum Diesel. *International Journal of Education and Research*. *International Journal of Education and Research*, 1(8), 1–9.
- Iskandar, N., Widayat, W., Sulardjaka, S., Syaiful, S., Fuadi, F., and Handayani, F. 2023. Effect of Temperature and Tapioca Flour Concentration on Manufacture of CaO·SiO₂ Heterogeneous Catalyst Pellets Made from Brick Burning Ash for Biodiesel Synthesis. *Catalyst*. 13 (945). 1-17.
- Islam, A., Taufiq, Y. H., Chan, E. S., Moniruzzaman, M., Islam, S., and Nabi, M. N. 2014. Advances in Solid-Catalytic and Non-Catalytic Technologies For Biodiesel Production. *Energy Conversion and Management*, 88, 1200-1218.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi Fundamental dan Aplikasi*. Graha Ilmu. Yogyakarta.
- Jabbari, H. 2018. Production of Methyl Ester Biofuel from Sunflower Oil Via Transesterification Reaction. *Asian Journal of Nanoscience and Materials*, 1(2), 52–55.
- Joshi, S, and Renade, V. 2016. *Industrial Catalytic Process for Fine and Specialty Chemicals*. Elsevier Inc.
- Jyoti, G., Keshav, A., Anandkumar, J., and Bhoi, S. 2018. Homogeneous and Heterogeneous Catalyzed Esterification of Acrylic Acid with Ethanol: Reaction Kinetics and Modeling. *International Journal of Chemical Kinetics*, 50(5), 370–380.

- Keller, T. C., Arras, J., Haus, M. O., Hauert, R., Kevin, A., Kevin, J., and Ramierez, J. P. 2016. Synthesis-Proprety-Performance Relationships of Amorphous Silica Alumina Catalysts For The Production of Methylene dianiline And Higher Homologues. *Journal of Catalysis.*, 344: 757-767.
- Kementerian ESDM. 2019. *Cadangan Minyak Bumi dan Gas 2015-2019*. <http://www.migas.esdm.go.id/> di akses pada 20 Desember 2022.
- 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.
- Koh, M. Y., and Tinia, T. I. 2011. A Review of Biodiesel Production From *Jatropha curcas* L. Oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(5), 2240–2251.
- Kouzu, M., and Hidaka, J. S. 2012. Transesterification of Vegetable Oil Into Biodiesel Catalyzed by CaO: a Review. *Fuel*, 93, 1–12.
- Lee, H. V., Juan, J. C., and Taufiq-Yap, Y. H. 2015. Preparation and Application of Binary Acid-Base CaO-La₂O₃ Catalyst For Biodiesel Production. *Renewable Energy*, 74, 124–132.
- Lubis, R. U. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Pertumbuhan Nanopartikel ZnO dengan Metode Sol-Gel*. Universitas Negeri Medan. Sumatera Utara.
- Mahaddilla, F. M, and Putra, A. 2013. Pemanfaatan Batu Apung sebagai Sumber Silika Dalam Pembuatan Zeolit Sintetis. *Jurnal Fisika Unand*, vol. 2. 262–268.
- Mahfud, Muharto, Pramudita, and Marwanto, A. 2020. Pengaruh Metode Pencucian pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar. *Jurnal Teknik Kimia*, 15(21), 219–227.
- Marinković, D. M., Stanković, M. V., Veličković, A., Avramović, Miladinović., Veljković, B., and Jovanović, D. M. 2016. Calcium Oxide as a Promising Heterogeneous Catalyst For Biodiesel Productin: Current State and Perspectives. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 56, 1387–1408.

- Meliyana, L. 2015. *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ Dari CaCO₃ Dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel*. Universitas Lampung. Lampung.
- Mittelbach, M., and Remschmidt, C. 2006. *Biodiesel The Comprehensive Hand Book* (3rd ed.). Boersendruck Ges. Australia.
- 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.
- Moradi, G., Mohadesi, M., and Hojabri, Z. 2014. Biodiesel Production by CaO/SiO₂ Catalyst Synthesized by the Sol–Gel Process. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*, 113(1), 169–186.
- Munasir, Nanda, I., dan Ramadhan. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk SiO₂ dengan Variasi Ph dan Molaritas Berbahan Dasar Pasir Bancar, Tuban. *Jurnal Sains Dan Seni ITS*. Vol 3, No 1.
- Nikmatin, S., Purwanto, S., Mandang, T., and Purwanto, A. 2011. Analisa Struktur Mikro Pemanfaatan Limbah Kulit Rotan Menjadi Nanopartikel Selulosa Sebagai Pengganti Serat Sintetis. *Jurnal Biofisika*, 7(1), 41-49.
- Obeid, M. M. 2014. Crystallization of Synthetic Wollastonite Prepared from Local Raw Materials. *International Journal of Materials and Chemistry*. 4(4): 79–87.
- Pandiangan, Kamisah Delilawati. 2017. *Sintesis Katalis CaO dan MgO Berpendukung Silika Sekam Padi untuk Transesterifikasi Minyak Biji Karet*. Disertasi. Universitas Andalas.
- 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., 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).

- Pandiangan, K. D., Jamarun, N., Arief, S., Simanjuntak, W., and Rilyanti, M. 2016. The effect of Calcination Temperatures on the Activity of CaO and CaO/SiO₂ Heterogeneous Catalyst for Transesterification of rubber seed oil in the Presence of Coconut Oil as a co-Reactant. *Oriental Journal of Chemistry*, 32(6), 3021–3026.
- Pandiangan, K. D., and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut Oil Using Dimethyl Carbonate and TiO₂/SiO₂ Heterogeneous Catalyst. *Indonesian Journal of Chemistry*, 13(1), 47–52.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., 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.
- Prasetyo, Y. 2011. *Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Optical Emission Spectroscopy (OES)*. Erlangga. Jakarta.
- Putra, M. D., Ristianingsih, Y., Jelita, R., and Irawan, C. 2017. RSC Advances Potential Waste From Palm Empty Fruit Bunches and Eggshells as a Heterogeneous Catalyst for Biodiesel. *RSC Advances*. 7: 55547–55554.
- Rahimi, T., Kahrizi, D., Feyzi, M., Ahmadvandi, H. R., and Mostafaei, M. 2021. Catalytic performance of MgO /Fe₂O₃-SiO₂ Core-Shell Magnetic Nanocatalyst for Biodiesel Production of Camelina Sativa Seed Oil: Optimization by RSM-CCD Method. *Industrial Crops and Products*, 159(October 2020), 113065.
- Raidah, A. 2012. *Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis CuO/Γ - Al₂O₃ Yang Digunakan Dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak*. Skripsi. Program Studi Teknik Kimia Universitas Indonesia. Jakarta.
- Ramagani, A.R. and Nurhayati. 2022. Sintesis dan Karakterisasi Katalis CaO-SiO₂ Pasir Kuarsa untuk Produksi Biodiesel. *Material and Energy*. 1 (1). 1-6.
- Roschat, W., Siritanon, T., Yoosuk, B., Sudyoadsuk, T., and Promarak, V. 2017. Rubber Seed Oil as Potential Non-edible Feedstock for Biodiesel Production Using Heterogeneous Catalyst in Thailand. *Renewable Energy*. 101 : 937-944.

- Royani, A., Sulistiyono, E., and Sufiandi, D. 2016. Pengaruh Suhu Kalsinasi Pada Proses Dekomposisi Dolomit. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 18(1), 41.
- Sangeetha, S. P., Divahar, R., Mawlong, K., Lyngkhoi, B., and Kurkalang, A. 2020. Mechanical Characteristics of Pumice Stone as Light Weight Aggregate in Concrete. *Int. J. Sci. Technol*, 9, 3760–3762.
- Sepehr, M. N., Zarrabi, M., Kazemian, H., Amrane, A., Yaghmaian, K., and Ghaffari, H. R. 2013. Removal of Hardness Agents, Calcium and Magnesium, by Natural and Alkaline Modified Pumice Stones in Single and Binary Systems. *Appl. Surf. Sci.* vol. 274, 295–305.
- Setyawardhani, D. 2003. *Metanolisis Asam Lemak dari Minyak Kacang Tanah untuk Pembuatan Biodiesel*. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- Siswanto, Sormin, D. P., Hikmawati, D., Aminatun, and Apsari, R. 2021. Effect of pH Condition During Sol-Gel Synthesis on the Volume Fraction of Hydroxyapatite from Sea Coral. *Journal of Physics: Conference Series*, 1825(1).
- Solis, J. L., Alejo, L., and Kiros, Y. 2016. Calcium and Tin Oxides for Heterogeneous Transesterification of Babassu Oil (*Attalea speciosa*). *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4(4), 4870–4877.
- Sumangat, D., dan Hidayat, T. 2008. Karakteristik Metil Ester Minyak Jarak Pagar Hasil Poses Transesterifikasi Satu dan Dua Tahap. *J. Pascapanen*, 5, 18–2.
- Syani, F. 2014. *Sintesis Zeolit Berbasis Sekam Padi dengan Metode Elektrokimia sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa*. Universitas Lampung. Lampung.
- Thitsartarn, W., and Kawi, S. 2011. An Active and Stable CaO–CeO₂ Catalyst for Transesterification of oil to Biodiesel. *Green Chemistry*, 13(12), 3423–3430.
- Trianasari., Manurung, P., and Karo-Karo, P. 2017. Analisis dan Karakterisasi Kandungan Silika (SiO₂) sebagai Hasil Ekstraksi Batu Apung (Pumice). *Jurnal Teori Dan Aplikasi Fisika*, 05(1), 9–14.

- Van Gerpen, J. 2005. Biodiesel Processing and Production. *Fuel Processing Technology*, 86(10), 1097–1107.
- Wahyuni, S., dan Pengajar Jurusan Fisika, S. 2015. Pengaruh Suhu Proses dan Lama Pengendapan Terhadap Kualitas Biodiesel Dari Minyak Jelantah Mahasiswa Fisika, Fmipa Universitas Negeri Padang 2. *Pillar of Physics*, 6, 33–40.
- Walton, K. S., and Randall Q. S. 2007. *Applicability of the BET Method for Determining Surface Areas of Microporous Metal-Organic Frameworks*. (18): 8552–56.
- Wijaya, A. 2021. Analisis Dampak Defisit Bahan Bakar Minyak terhadap Kinerja Sektor Transportasi di Indonesia. *Jurnal Ekonomi Bisnis dan Manajemen*. 23(1), 95-106.
- Wijaya, V. W. 2017. *Efek Suhu dan Konsentrasi Katalis dalam Proses Transesterifikasi in Situ Terhadap Produksi Biodiesel dari Spent Bleaching Earth (SBE)*. Universitas Lampung. Lampung.
- Witoon, T., Bumrungsalee, S., Vathavanichkul, P., Palitsakun, S., Saisriyoot, M., and Faungnawakij, K. 2014. Biodiesel Production from Transesterification of Palm Oil with Methanol Over CaO Supported on Bimodal Meso-Macroporous Silica Catalyst. *Bioresource Technology*, 156, 329–334.
- Wu, H., Zhang, J., Wei, Q., Zheng, J., and Zhang, J. 2013. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using Zeolite Supported CaO as Strong Base Catalysts. *Fuel Processing Technology*, 109, 13–18.
- Yan, S., Kim, M., Salley, S., and Ng, K. Y. 2009. *Oil transesterification Over Calcium Oxides Modified with Lanthanum*. 360:163–70.
- Yanuar, A. P., Pratikno, H., and Titah, T. 2016. Pengaruh Penambahan Inhibitor Alami Terhadap Laju Korosi pada Material Pipa dalam Larutan Air Laut Buatan. *Jurnal Teknik ITS*, 5(2), 8–13.
- Ye, X., Wang, W., Zhao, X., Wen, T., Li, Y., Ma, Z., Wen, L., Ye, J., and Wang, Y. 2018. The role of the KCaF_3 Crystalline Phase on the Activity of KF/CaO Biodiesel Synthesis Catalyst. *Catalysis Communications*, 116, 72–75.