

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI CaO/SiO₂ DARI BATU KAPUR DAN
BATU APUNG UNTUK DIGUNAKAN SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA**

(Skripsi)

Oleh

**ZULFA NIRMALA
1817011060**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI CaO/SiO₂ DARI BATU KAPUR DAN BATU APUNG UNTUK DIGUNAKAN SEBAGAI KATALIS TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA

Oleh

Zulfa Nirmala

Ketersediaan minyak bumi yang semakin terbatas membuat perhatian masyarakat terhadap sumber energi alternatif semakin tinggi. Salah satu sumber energi alternatif yang dapat digunakan adalah biodiesel karena bersifat ramah lingkungan dan *renewable*. Biodiesel dapat dihasilkan dari proses transesterifikasi minyak nabati dengan alkohol dan umumnya menggunakan bantuan katalis untuk mempercepat laju reaksi. Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis CaO/SiO₂ dari batu kapur dan silika batu apung dengan komposisi massa 1:5 serta aplikasinya sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan metanol. Karakterisasi katalis menggunakan XRF telah mengidentifikasi bahwa komposisi katalis terdiri dari SiO₂ sebesar 82,507% dan CaO sebesar 11,468%. Analisis SEM telah mengidentifikasikan morfologi permukaan katalis terdapat gumpalan (*cluster*) yang memiliki ukuran tidak seragam yang dikelilingi oleh agregat kecil. Karakterisasi BET menunjukkan luas permukaan spesifik katalis dan total volume pori yaitu berturut-turut sebesar 14,9617 m²/g dan 0,0163 cc/g. Karakterisasi PSA menghasilkan nilai ukuran partikel katalis yaitu rata-rata sebesar 49,65 μm. Hasil transesterifikasi menunjukkan bahwa katalis dengan unjuk kerja terbaik pada nisbah metanol terhadap minyak 8:1, jumlah katalis 10%, dan waktu reaksi 30 menit pada suhu 70 °C dan didapatkan persen konversi sebesar 75%. Hasil analisis dengan GC-MS menunjukkan bahwa biodiesel didominasi metil laurat yang berasal dari asam laurat sebagai kandungan utama dalam minyak kelapa.

Kata kunci: biodiesel, transesterifikasi, metode sol gel, katalis CaO/SiO₂, batu kapur, silika batu apung.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CaO/SiO₂ FROM LIMESTONE AND PUMICE AS CATALYST FOR TRANSESTERIFICATION OF COCONUT OIL

By

Zulfa Nirmala

Depletion of petroleum reserves has gained great attentions towards alternative energy sources. One such alternative fuels that can be used is biodiesel due to its environmental benignity and renewability. Biodiesel is derived from vegetable oils through transesterification reaction with alcohol using a catalyst to accelerate the reaction. In this research, CaO/SiO₂ catalyst was successfully synthesized from limestone and pumice with 1:5 mass ratio, and its application for catalyst transesterification reaction of coconut oil with methanol. XRF characterization of catalyst revealed that the catalyst consists of 82.507% SiO₂ and 11.468% CaO. SEM analysis of catalyst showed that the surface of the sample is marked by clusters of particles with irregular forms surrounded by small aggregates. BET characterization indicates the specific surface area of the catalyst and total pore volume are 14.9617 m²/g and 0.0163 cc/g, respectively. PSA characterization revealed an average catalyst particle size which is 49.65 μm. The results of the transesterification reaction revealed that best catalytic activity at the ratio of methanol to oil of 8:1, the amount of catalyst 10%, the reaction time 30 minutes at 70 °C and the highest oil conversion was 75%. The results of the GC-MS analysis showed that biodiesel dominated by methyl laurate, which originates from lauric acid as the main component of coconut oil.

Keywords: biodiesel, transesterification, sol gel method, CaO/SiO₂ catalyst, limestone, pumice silica.

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI CaO/SiO_2 DARI BATU KAPUR DAN
BATU APUNG UNTUK DIGUNAKAN SEBAGAI KATALIS
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA**

Oleh

ZULFA NIRMALA

Skripsi

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

Pada

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



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

Judul Skripsi :

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
CaO/SiO₂ DARI BATU KAPUR DAN BATU
APUNG UNTUK DIGUNAKAN SEBAGAI
KATALIS TRANSESTERIFIKASI
MINYAK KELAPA**

Nama Mahasiswa :

Zulfa Nirmala

Nomor Pokok Mahasiswa :

1817011060

Jurusan :

Kimia

Fakultas :

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP. 197212051997032001

Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.

NIP. 195907061988111001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

Dr. Mita Rilyanti, M.Si.

NIP. 197205302000032001

MENGESAHKAN

1. **Tim Penguji**

Ketua

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

Sekretaris

: Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.

Penguji

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

2. **Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

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

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 8 Juli 2024



SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Zulfa Nirmala
Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011060
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi CaO/SiO₂ dari Batu Kapur dan Batu Apung untuk Digunakan sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa”** adalah benar karya saya sendiri dan tidak terdapat karya yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dicantumkan dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Saya tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Bandar Lampung, 10 Juli 2024
menyatakan,



Zulfa Nirmala
NPM. 1817011060

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Zulfa Nirmala dilahirkan di Metro, 31 Mei 2000 yang merupakan anak terakhir dari tiga bersaudara, putri dari pasangan Bapak Sukarno dan Ibu Siti Salbiyah. Jenjang pendidikan dimulai dari Taman Kanak-Kanak (TK) di TK Muslimat Siti Masyitoh Metro yang diselesaikan pada tahun 2006 dan melanjutkan ke Sekolah Dasar (SD) di SD Negeri 3 Metro Pusat (2006 – 2012). Kemudian pendidikan dilanjutkan ke Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMP Negeri 1 Metro (2012 – 2015) dan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMA Negeri 3 Metro (2015 – 2018). Setelah lulus SMA, penulis diterima sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) pada tahun 2018.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif mengikuti organisasi seperti menjadi anggota bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia (SPIK) di Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) periode 2019 dan 2020, anggota *Chemistry English Club* (CEC), dan staff ahli Dinas Sosial dan Pengabdian Masyarakat (SPM) di Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) tingkat fakultas periode 2019, serta aktif mengikuti kepanitiaan sebagai moderator berbagai acara tingkat jurusan ataupun regional, sebagai sekretaris pelaksana dalam *Chemistry Expo XXIV* tahun 2020 dan sebagai Notulen Sidang pada Rapat Anggota Tahunan (RAT) XXII Himaki. Selain itu, penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM-FMIPA Unila di Desa Tanjung Tirto, Kecamatan Way Bungur dan Desa Tambah Dadi, Kecamatan Purbolinggo, Kabupaten Lampung Timur pada tahun 2018 dan 2019.

Penulis dalam pendidikannya pernah menjadi asisten praktikum Kimia Fisik I pada Tahun Ajaran 2021/2022 untuk mahasiswa Jurusan Kimia Angkatan 2019 dan 2020. Penulis juga telah melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Unila dengan hasil praktik yang berjudul “Pemanfaatan Karbon Aktif dari Cangkang Biji Karet (*Hevea brasiliensis*) sebagai Adsorben Zat Warna Metilen Biru”, serta pernah melakukan Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 40 hari di Kelurahan Mulyojati, Kecamatan Metro Barat, Kota Metro. Setelah itu, penulis menyelesaikan penelitian dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi CaO/SiO₂ dari Batu Kapur dan Batu Apung untuk Digunakan sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa” di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Unila. Penulis berharap masih dapat meneruskan tulisan-tulisan berikutnya dan dapat memberikan manfaat bagi nusa, bangsa, dan perkembangan ilmu pengetahuan.

MOTTO

“Do not grieve, indeed Allah is with us”

(Q.S. At-Taubah: 40)

“Do not be afraid, I am with you all the time, listening and seeing”

(Q.S. Thaha: 46)

“Allah does not charge a soul on anyone beyond his capacity”

(Q.S. Al-Baqarah: 286)

“Indeed, hardship is followed by ease”

(Q.S. Al-Insyirah: 5)

الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ

“Segala puji bagi Allah, Tuhan seluruh alam”

Karya ini kupersembahkan sebagai wujud cinta dan tanggungjawabku kepada:

Ayahanda Sukarno dan Ibunda Siti Salbiyah, yang sudah berada di sisi Allah SWT, terima kasih telah menyayangi dan mendidikku hingga maut memisahkan, rindu akan selalu menyelimutiku untuk kalian.

Mba Silvi Khairunnisa dan Mba Rosya Gusnaida, yang selalu memberikan kasih sayang dan telah melakukan banyak pengorbanan untukku.

Kak Habib Burakhman dan Kak Dede Darmawan, yang sangat membantuku dalam penyelesaian studi. Dhia Balqis Raisya Griselda, Abdullah Zaid Fadhillah, Rasyad Haqi Darmawan, dan Radinda Hagia Darmawan, yang selalu menjadi penyemangatku.

Kepada pembimbing dan pembahas penelitianku:

Ibu Prof. Dr. Kamisah Delilawati Pandiangan, M.Si.

Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.

Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si.

Serta Alm. Bapak Drs. R. Supriyanto, M.S. dan seluruh dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila, terima kasih atas segala bantuan, bimbingan, dan ilmunya yang tak terhingga.

Dan almamater tercinta Universitas Lampung.

SANWACANA

Segala puji dan syukur kehadirat Allah SWT atas nikmat, rahmat, hidayah, dan berkah-Nya kepada hamba-Nya. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang senantiasa diharapkan syafaatnya kelak di yaumul akhir. Atas ridha dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi CaO/SiO₂ dari Batu Kapur dan Batu Apung untuk Digunakan sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa**” yang disusun untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

Dalam proses penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis melibatkan berbagai pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Untuk itu penulis mengucapkan rasa syukur dan terima kasih yang tak terhingga kepada:

1. Ibu Prof. Dr. Kamisah Delilawati Pandiangan, M.Si. sebagai pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, bantuan, motivasi, waktu, pikiran, dan kasih sayangnya yang sangat berarti bagi penulis dalam proses perkuliahan hingga penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. sebagai pembimbing kedua yang telah membimbing, mendukung, memberikan banyak ilmu, meluangkan waktu dan pikirannya dalam penyusunan skripsi ini.
3. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si. sebagai penguji sekaligus Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas bimbingan, dukungan, arahan, dan saran yang membangun, serta waktu luangnya untuk melancarkan proses penyelesaian perkuliahan dan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan bimbingan, bantuan, dan ilmu pengetahuan yang tak terhitung nilainya selama perkuliahan.

6. Almarhum kedua orang tua tercinta, Ayah Sukarno dan Ibu Siti Salbiyah yang telah memberikan kasih sayang, mendukung, mendidik, dan berjuang sampai akhir hayatnya. Semoga kita dapat bertemu di *Jannatul Firdaus-Nya, aamin.*
7. Saudara kandung terkasih, Mba Silvi Khairunnisa dan Mba Rosya Gusnaida, yang telah selalu mendoakan, memberikan semangat, motivasi, dan perhatian yang tak terhingga. Terima kasih atas semua perjuangan dan kerja kerasnya untuk selalu mendukung penulis demi menyelesaikan studi hingga sarjana.
8. Kedua kakak ipar, Kak Habib Burakhman dan Kak Dede Darmawan, yang mendukung, memberikan bantuan moril dan materil yang sangat berarti bagi penulis, serta adik dan keponakan tersayang, Dhia Balqis Raisya Griselda, Abdullah Zaid Fadhillah, Rasyad Haqi Darmawan, dan Radinda Hagia Darmawan, yang telah mewarnai hari-hari penulis untuk selalu semangat dan maju dalam proses perkuliahan hingga akhir.
9. Rekan penelitian, Nurkhalisah, Randi Septianto, dan Chori Rafika, yang telah menemani, mendukung, membimbing, membantu, dan memberikan semangat kepada penulis dalam menjalani penelitian hingga penyelesaian skripsi.
10. Sahabat kuliah penulis, Shafa Ilina, Sania, Putri, Tri, Savol, dan Kokom, yang selalu mengkhawatirkan penulis, memberikan canda tawa, kasih sayang, kebaikan, dukungan, motivasi, dan bantuan dari awal perkuliahan hingga akhir, terima kasih atas segalanya.
11. *Partner* seperjuangan, Widi Nur Falah, terima kasih telah hadir dan selalu membantu penulis dalam segala aspek, mendoakan, membimbing, menemani dikala susah dan senang, memberikan kebaikan, perhatian, dan motivasi yang sangat berarti bagi penulis.
12. Rekan-rekan penelitian Laboratorium Kimia Polimer Angkatan 2018 dan 2019, terima kasih atas bantuan, bimbingan, arahan, dan kebaikannya hingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini.
13. Wulan Ag, Nurmay, Kana, Sahrul, Aan, dan seluruh teman-teman Kelas C Kimia 2018, terima kasih atas dukungan dan canda tawanya selama perkuliahan yang sangat membantu penulis.



14. Teman-teman sekolah, Adila, Selli, Naura, Maria, Regita, dan Shafa Raida, terima kasih telah menemani, mendukung, dan memberikan bantuan.
15. Seluruh teman seperjuangan Kimia Angkatan 2018 FMIPA Unila, terima kasih atas kebersamaan dan kekeluargaannya yang erat. Semoga kita dapat menjadi orang yang bermanfaat di masa depan untuk keluarga dan negara, *aamiin*.
16. Rekan-rekan dan kakak tingkat dalam organisasi Himaki dan BEM FMIPA Unila kepengurusan tahun 2019-2020, terima kasih telah membantu dan mengajarkan banyak ilmu sehingga menjadikan penulis pribadi yang lebih baik.
17. Kakak dan adik tingkat Jurusan Kimia Angkatan 2016, 2017, 2019, dan 2020 yang namanya tidak dapat disebutkan satu persatu, terima kasih atas bantuan dan bimbingannya.
18. Seluruh civitas akademika Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Seluruh pihak terkait yang membantu secara langsung dan tidak langsung. Terima kasih telah memberikan dorongan dan bantuan selama menyelesaikan studi ini. Semoga Allah SWT membalasnya dengan pahala yang berlipat ganda atas bantuan yang telah diberikan kepada penulis, *aamiin Allahumma aamiin*. Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan dan kesalahan, namun penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan juga bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 10 Juli 2024

Penulis

Zulfa Nirmala

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	3
1.3 Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Minyak Kelapa	4
2.2 Biodiesel	5
2.3 Reaksi Transesterifikasi	7
2.4 Katalis	10
2.5 Katalis untuk Pembuatan Biodiesel	11
2.5.1 Katalis Homogen	12
2.5.2 Katalis Heterogen.....	12
2.5.3 Katalis Enzim.....	13
2.6 Kalsium Oksida (CaO).....	14
2.7 Silika	16
2.7.1 Silika Batu Apung.....	17
2.8 Metode Sol-Gel.....	18
2.9 Kalsinasi.....	19
2.10 Karakterisasi Katalis CaO/SiO ₂	20
2.10.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	20
2.10.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	22
2.10.3 <i>Brunauer, Emmett and Teller</i> (BET)	22
2.10.4 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	23
2.11 Karakterisasi Biodiesel	24
2.11.1 <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	24
III. METODE PENELITIAN	27
3.1 Waktu dan Tempat.....	27
3.2 Alat dan Bahan.....	27

3.3	Prosedur Penelitian	28
3.3.1	Preparasi Batu Apung	28
3.3.2	Ekstraksi Silika Amorf Batu Apung	28
3.3.3	Preparasi CaO dari Batu Kapur.....	29
3.3.4	Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ Metode Sol-Gel	29
3.3.5	Karakterisasi Katalis	29
3.3.6	Percobaan Transesterifikasi	30
3.3.7	Analisis Produk Hasil Transesterifikasi.....	31
3.4	Diagram Alir	34
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
4.1	Preparasi dan Ekstraksi Silika Batu Apung	35
4.2	Sintesis Katalis CaO/SiO ₂ dengan Metode Sol-Gel.....	36
4.3	Karakterisasi Katalis	38
4.3.1	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	38
4.3.2	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	39
4.3.3	<i>Brunauer, Emmett and Teller</i> (BET).....	41
4.3.4	<i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	42
4.4	Uji Aktivitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi	43
4.4.1	Pengaruh Nisbah Metanol terhadap Minyak	44
4.4.2	Pengaruh Jumlah Katalis.....	45
4.4.3	Pengaruh Waktu Reaksi Transesterifikasi	46
4.5	Analisis Produk Hasil Transesterifikasi	48
4.5.1	Analisis Biodiesel dengan <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	48
4.5.2	Analisis Kualitas Biodiesel	50
V.	SIMPULAN DAN SARAN.....	51
5.1	Simpulan	51
5.2	Saran	52
	DAFTAR PUSTAKA.....	53
	LAMPIRAN.....	59

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi asam lemak dalam minyak kelapa	5
2. Sifat fisik dan kimia biodiesel.....	6
3. Standar mutu biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015	6
4. Referensi hasil XRF pasir dan batuan.....	21
5. Referensi hasil BET katalis CaO dan CaO/SiO ₂	23
6. Referensi hasil analisis GC-MS biodiesel minyak kelapa	25
7. Data XRF komposisi katalis CaO/SiO ₂ 1:5	38
8. Data karakterisasi katalis CaO/SiO ₂ menggunakan BET.....	41
9. Pengaruh nisbah metanol terhadap minyak dan jumlah minyak terkonversi. 45	
10. Pengaruh jumlah katalis terhadap jumlah minyak konversi	46
11. Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi optimum terhadap jumlah minyak terkonversi.....	47
12. Kandungan kimia biodiesel minyak kelapa dengan katalis CaO/SiO ₂	49
13. Hasil uji parameter fisik biodiesel.....	50
14. Data komposisi, unsur, dan oksida dalam katalis CaO/SiO ₂ hasil karakterisasi XRF.....	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi pembentukan trigliserida	5
2. Reaksi transesterifikasi.....	7
3. Kinetika transesterifikasi menggunakan variasi nisbah minyak terhadap metanol dengan katalis NaOH	8
4. Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi RBD palm olein.....	9
5. Pengaruh jumlah katalis CaO/Silika pada uji transesterifikasi	10
6. Kurva hubungan energi aktivasi dengan reaksi menggunakan katalis.....	11
7. Mekanisme reaksi transesterifikasi basa heterogen dengan katalis CaO	15
8. Foto hasil uji SEM katalis CaO dengan (a) perbesaran 5000 kali (b) perbesaran 20000 kali.....	22
9. Kromatogram hasil transesterifikasi minyak kelapa	25
10. Diagram alir penelitian.....	34
11. Hasil preparasi dan ekstraksi batu apung (a) serbuk batu apung (b) silika batu apung.....	36
12. Proses sintesis katalis CaO/SiO ₂ (a) sol-silika (b) sol-gel CaO/SiO ₂ (c) gel CaO/SiO ₂ (d) serbuk CaO/SiO ₂	37
13. Mikrograf SEM CaO pada suhu 600 °C dengan perbesaran (a) 1000 kali dan (b) 10000 kali	39
14. Mikrograf SEM katalis silika batu apung dengan konsentrasi NaOH 2,5 M dengan perbesaran (a) 1000 kali dan (b) 5000 kali.....	40
15. Mikrograf SEM katalis CaO/SiO ₂ pada suhu 800 °C dengan perbandingan 1:5 pada perbesaran (a) 1000 kali (b) 10000 kali.....	40
16. Hasil pengukuran partikel menggunakan PSA pada katalis CaO/SiO ₂	42
17. Reaktor transesterifikasi.....	43
18. Hasil pemisahan dari proses transesterifikasi	44
19. Hasil kromatogram <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometer</i> (GC-MS) pada biodiesel minyak kelapa.....	48

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring berkembangnya teknologi dan jumlah penduduk di masa kini, kebutuhan terhadap minyak bumi untuk produksi bahan bakar semakin meningkat. Bahan Bakar Minyak (BBM) sangat dibutuhkan masyarakat Indonesia di kehidupan sehari-hari, namun cadangan minyak bumi di alam dan produksinya di Indonesia semakin terbatas. Hal ini menyebabkan perhatian pada sumber energi alternatif semakin tinggi. Sumber energi alternatif yang diutamakan adalah sumber energi yang dapat diperbaharui dan tidak memberikan dampak negatif bagi manusia maupun lingkungan sekitarnya. Salah satu sumber energi terbarukan yang ramah lingkungan adalah biodiesel. Biodiesel dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif pengganti BBM untuk jenis diesel/solar (Atadashi *et al.*, 2013). Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati atau lemak hewani.

Bahan baku biodiesel yang berpotensi besar di Indonesia adalah minyak kelapa, karena buah kelapa mengandung minyak yang cukup banyak yaitu 30-50% dari berat buah kelapa segar (Damin *et al.*, 2017). Selain itu, penyebaran buah kelapa di Indonesia yang luas sehingga mudah diperoleh. Indonesia menghasilkan 3,25 juta ton buah kelapa pada tahun 2009 dan merupakan negara penghasil kelapa terbesar di dunia, yaitu 31,15% terhadap total produksi kelapa dunia (Kementrian Pertanian, 2022).

Metode atau reaksi yang digunakan untuk produksi biodiesel adalah reaksi transesterifikasi. Proses pembentukan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi memiliki kelebihan, yakni kecepatan reaksi yang tinggi, suhu proses yang rendah, membutuhkan waktu yang tidak lama, dan menghasilkan konversi atau *yield* yang cukup besar (Leung *et al.*, 2010). Reaksi transesterifikasi dapat berlangsung

dengan menggunakan katalis maupun tanpa katalis. Namun, bila tanpa katalis proses reaksi cenderung non-reaktif pada suhu ruang, sehingga membutuhkan suhu yang tinggi yang mana dinilai kurang ekonomis. Oleh karena itu, reaksi transesterifikasi umumnya dilakukan dengan bantuan katalis.

Jenis katalis yang sedang dikembangkan untuk reaksi transesterifikasi adalah katalis heterogen (padat) karena mudah dipisahkan dari produk reaksi. Katalis heterogen yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis komposit dengan situs aktif yang berbeda, antara lain CuO (Santha *et al.*, 2021), TiO₂ (Fadlly *et al.*, 2021), ZnO (Sharma *et al.*, 2020), zeolit (Pandiangan *et al.*, 2019), dan CaO (Pandiangan *et al.*, 2016). Katalis heterogen terdiri dari dua komponen, yakni situs aktif dan penyangga atau pendukung. Dalam penelitian ini digunakan CaO dari batu kapur sebagai situs aktif dan silika yang diekstrak dari batu apung sebagai penyangga. Penambahan penyangga di sini diharapkan dapat menghasilkan aktivitas katalitik yang lebih tinggi dan biaya produksi yang lebih rendah untuk produksi biodiesel.

Pemilihan jenis katalis berpengaruh terhadap produk reaksi transesterifikasi. CaO dipilih karena merupakan oksida alkali tanah yang diketahui memiliki aktivitas katalitik yang tinggi pada reaksi transesterifikasi (Roschat *et al.*, 2018). Selain jenisnya, sintesis menggunakan katalis heterogen juga dipengaruhi oleh komposisi massa antara situs aktif dengan penyangga dan suhu kalsinasi katalis. Dalam penelitian ini, katalis dibuat dengan perbandingan CaO/SiO₂ 1:5 dan dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 6 jam. Katalis yang telah disintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan teknik *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Particle Size Analyzer* (PSA), dan *Brunauer-Emmett and Teller* (BET).

Pada proses transesterifikasi dipelajari variabel kinetis yang dapat mempengaruhi rendemen reaksi, meliputi nisbah metanol terhadap minyak kelapa, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi. Produk transesterifikasi dianalisis dengan metode *Gas*

Chromatography-Mass Spectrophometry (GC-MS) untuk mengidentifikasi komponen dan jumlah relatif masing-masing komponen dalam produk.

1.2 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dipaparkan, tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menghasilkan katalis CaO/SiO_2 menggunakan batu kapur sebagai sumber CaO dan silika batu apung sebagai sumber SiO_2 dengan metode sol-gel.
2. Mendapatkan informasi tentang karakteristik katalis CaO/SiO_2 dengan XRF, SEM, BET, dan PSA.
3. Mendapatkan data tentang pengaruh variabel kinetis yakni nisbah metanol terhadap konversi minyak kelapa menjadi biodiesel.
4. Mendapatkan data tentang komposisi biodiesel yang dihasilkan dari minyak kelapa.

1.3 Manfaat Penelitian

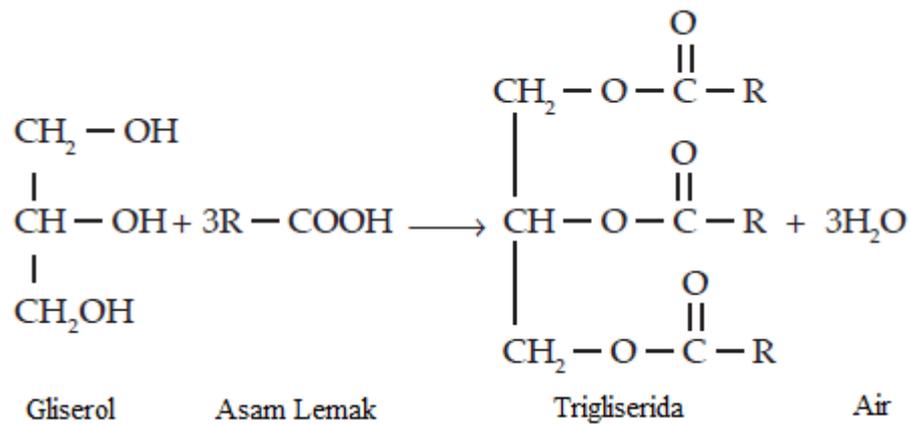
Selain untuk memperkaya ilmu pengetahuan dan teknologi (IPTEK), manfaat lain dari penelitian ini adalah (1) meningkatkan pemanfaatan minyak kelapa sebagai sumber energi terbarukan, (2) meningkatkan nilai ekonomi dari batu apung, dan (3) meningkatkan ketersediaan katalis heterogen untuk mendukung industri biodiesel.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Kelapa

Semua bagian dari pohon kelapa (*Cocos nucifera* L.) memiliki nilai yang penting. Kelapa adalah komoditas perdagangan penting karena setiap bagian dari pohon ini dapat digunakan untuk beragam kegunaan. Indonesia adalah salah satu negara produsen kelapa yang berhasil melakukan ekspor berbagai produk olahan kelapa. Kelapa dari Indonesia memiliki kualitas yang tinggi, menjadi alasan utama negara-negara lain melakukan impor dari Indonesia. Tanaman kelapa tidak hanya menjadi komoditas strategis, tetapi juga memiliki sejumlah manfaat yang bervariasi dari berbagai bagian tanamannya, termasuk akar, batang, daun, buah, hingga pelepahnya. Salah satu produk utama yang dihasilkan dari pengolahan kelapa, khususnya daging buah kelapa, adalah minyak kelapa yang dimanfaatkan secara luas sebagai minyak goreng.

Minyak kelapa dihasilkan dari daging buah kelapa yang telah dikeringkan atau melalui proses perasannya. Sama seperti minyak nabati lainnya, minyak kelapa mengandung komponen trigliserida yang terdiri dari berbagai jenis asam lemak, dengan 90% di antaranya adalah asam lemak jenuh. Trigliserida adalah jenis lipid yang paling umum ditemukan di alam dan memiliki karakteristik tidak mudah menguap. Minyak kelapa adalah hasil dari esterifikasi gliserol dan asam lemak. Proses pembentukan trigliserida pada umumnya berlangsung sesuai dengan reaksi yang digambarkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi pembentukan trigliserida

Asam lemak yang dominan di dalam minyak kelapa adalah asam lemak jenuh berantai sedang ($C_8 - C_{14}$), dua asam lemak dengan komposisi tinggi yaitu asam laurat dan miristat. Mengenai uraian asam lemak yang terdapat dalam minyak kelapa ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi asam lemak dalam minyak kelapa

Asam Lemak	Rumus Molekul	Komposisi (%)
Asam Kaprilat	$C_8H_{16}O_2$	8
Asam Kaprat	$C_{10}H_{20}O_2$	7
Asam Laurat	$C_{12}H_{24}O_2$	48
Asam Miristat	$C_{14}H_{28}O_2$	17
Asam Palmitat	$C_{16}H_{32}O_2$	9
Asam Stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	2
Asam Oleat	$C_{18}H_{34}O_2$	6
Asam Linoleat	$C_{18}H_{32}O_2$	3

Departemen Perindustrian (SNI 01-3741-1995)

2.2 Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar energi terbarukan untuk mesin diesel yang diolah dari minyak nabati maupun lemak hewani dengan metode transesterifikasi, yakni dengan mereaksikan bahan baku dengan alkohol sederhana terutama metanol.

Biodiesel tidak berbahaya, *biodegradable*, dan emisi gas buangnya rendah.

Minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku biodiesel termasuk bahan

yang mudah didapatkan, proses sintesisnya mudah serta relatif cepat, dan juga memiliki tingkat konversi menjadi biodiesel yang tinggi yaitu 95% (Hambali, 2007).

Biodiesel berupa cairan dengan warna kuning cerah atau kuning kecoklatan. Biodiesel tidak tercampur dengan air, memiliki titik didih tinggi, dan tekanan uap yang bernilai rendah. Biodiesel terdiri dari campuran senyawa alkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang penyusun minyak nabati. Jika dalam pembuatannya digunakan metanol, maka produk yang dihasilkan adalah metil ester dan inilah biodiesel yang paling umum diproduksi. Beberapa sifat fisik dan kimianya disajikan dalam Tabel 2 dan parameter teknis untuk biodiesel di Indonesia telah diatur dalam SNI 7182:2015 seperti tercantum pada Tabel 3.

Tabel 2. Sifat fisik dan kimia biodiesel

Sifat Fisik dan Kimia	Nilai
Densitas (g/mL)	0,8624
Viskositas (cSt)	5,55
Titik kilat (°C)	172
Angka setana	62,4
Energi yang dihasilkan (MJ/kg)	40,1

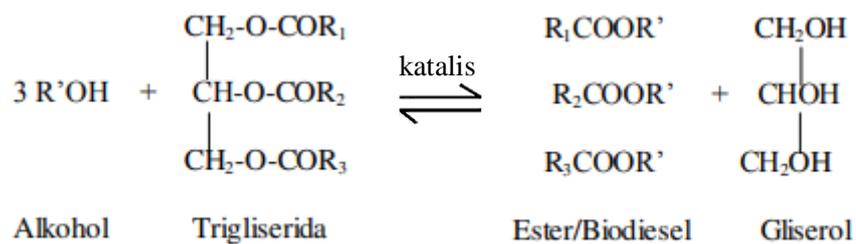
(Badan Standarisasi Nasional, 2001)

Tabel 3. Standar mutu biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015

No.	Parameter	Satuan	Nilai	Metode Uji
1	Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850 – 890	ASTM D 1298
2	Viskositas kinematik pada 40 °C	mm ² /s (cSt)	2,3 – 6,0	ASTM D 445
3	Angka setana		min.51	ASTM D 613
4	Titik nyala (mangkuk tertutup)	°C	min.100	ASTM D 93
5	Titik kabut	°C	min.18	ASTM D 2500
6	Air dan sedimen	%-vol	maks.0,05	ASTM D 2709
7	Angka asam	mg-KOH/g	maks.0,8	AOCS Cd 3d-63

2.3 Reaksi Transesterifikasi

Secara definisi reaksi transesterifikasi adalah reaksi alkohol dengan trigliserida menghasilkan alkil ester asam lemak dan gliserol. Jika alkohol yang digunakan adalah metanol, alkil ester yang dihasilkan adalah metil ester asam lemak (FAMEs). Gliserol bisa dimanfaatkan untuk keperluan lain, misalnya sebagai bahan kosmetik, sabun, dan lainnya. Pada umumnya alkohol yang digunakan berupa etanol atau metanol. Bahan baku yang digunakan pada proses reaksi transesterifikasi harus memiliki asam lemak bebas yang kecil (< 2%) untuk menghindari terjadinya reaksi penyabunan. Berikut ini adalah reaksi transesterifikasi yang terjadi yang ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Reaksi transesterifikasi

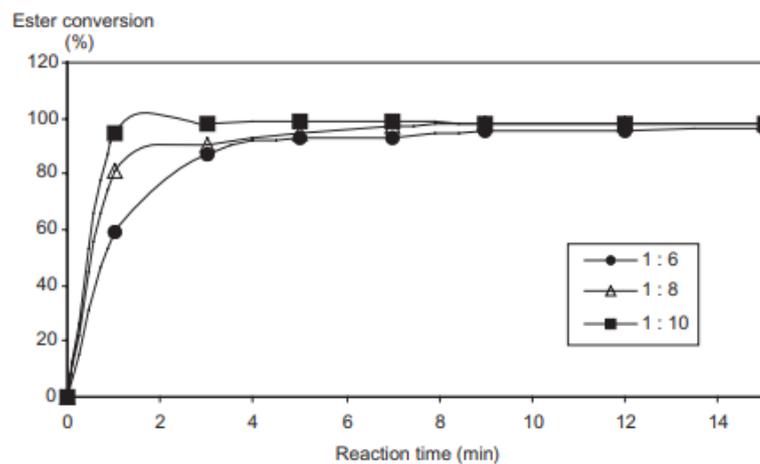
Reaksi transesterifikasi dapat menciptakan produk *fatty acid methyl esters* (FAME) yang biasa dikenal dengan biodiesel. Alkohol pada reaksi ini berperan sebagai pemasok gugus alkil. Metanol adalah yang paling banyak digunakan, karena metanol memiliki rantai alkil terpendek dan reaktivitas paling tinggi. Metanol juga memiliki titik didih yang rendah sehingga kelebihanannya mudah dipisahkan dari gliserol dan biodiesel (Gerphen *and* Knothe, 2005).

Reaksi transesterifikasi memerlukan katalis karena tanpa katalis transesterifikasi berlangsung lambat. Perubahan kecepatan reaksi tersebut terjadi karena mekanisme reaksi dipengaruhi katalis secara langsung. Biasanya reaksi transesterifikasi dimulai dengan reaksi antara alkohol dan katalis untuk menghasilkan spesies aktif yang kemudian bereaksi dengan asam lemak.

2.3.1 Faktor yang Memengaruhi Produk Reaksi Transesterifikasi

2.3.1.1. Nisbah Metanol terhadap Minyak

Secara stoikiometri, reaksi transesterifikasi 1 mol minyak membutuhkan 3 mol alkohol. Alkohol berlebih dapat meningkatkan *yield* biodiesel yang dihasilkan (Freedman *et al.*, 1986). Semakin tinggi nisbah metanol terhadap minyak semakin singkat waktu yang dibutuhkan untuk mendapatkan produk metil ester. Foon *et al.* (2004) menguji reaksi transesterifikasi menggunakan katalis NaOH dan menemukan bahwa metil ester meningkat secara signifikan jika nisbah metanol terhadap minyak ditingkatkan. Setelah 5 menit reaksi, konversi metil ester adalah 93%, 95%, dan 99%, masing-masing menggunakan nisbah metanol terhadap minyak 6:1, 8:1, dan 10:1. Konversi metil ester tertinggi dicapai dengan menggunakan nisbah metanol terhadap minyak 6:1 dan 8:1 berturut-turut adalah 97% (21 menit) dan 98% (9 menit). Hasil percobaan tersebut ditunjukkan pada Gambar 3. Dapat disimpulkan bahwa metanol berlebih diperlukan untuk mendorong reaksi menuju produk.

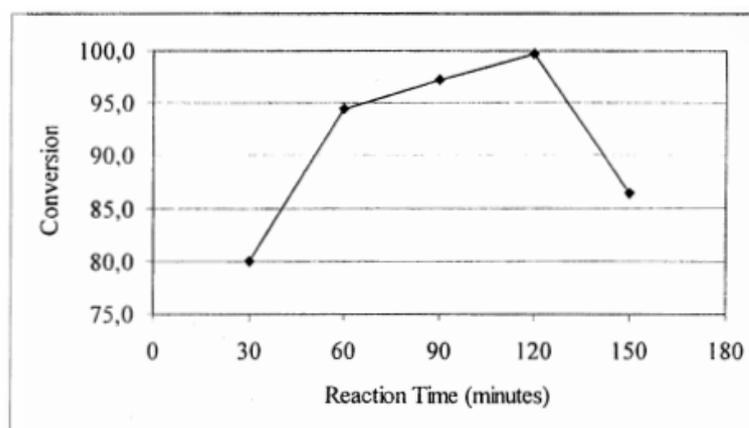


Keterangan; kondisi reaksi: Konsentrasi katalis $0,125 \text{ mol kg}^{-1}$
 Suhu reaksi $60 \text{ }^\circ\text{C}$
 Laju pengadukan 350 rpm

Gambar 3. Kinetika transesterifikasi menggunakan variasi nisbah minyak terhadap metanol dengan katalis NaOH (Foon *et al.*, 2004).

2.3.1.2. Waktu Reaksi

Jumlah konversi trigliserida menjadi metil ester sangat berpengaruh pada waktu reaksi transesterifikasi. Semakin lama waktu reaksi semakin tinggi rendemen metil ester yang dihasilkan. Namun, waktu reaksi tambahan tidak mempengaruhi rendemen jika kesetimbangan telah tercapai (Sudradjat *et al.*, 2010). Mukminin dkk. (2023) telah melakukan uji variasi waktu untuk transesterifikasi minyak jelantah menjadi biodiesel dengan waktu reaksi 30, 40, dan 45 menit dengan hasil konversi metil ester berturut-turut adalah 79%, 80%, dan 65%. Nurhayati *et al.* (2018) juga membuktikan bahwa waktu reaksi transesterifikasi yang lama membuat konversi metil ester semakin tinggi, seperti yang tertera pada Gambar 4. Hasil konversi paling tinggi yaitu 99,7% pada waktu reaksi 120 menit.

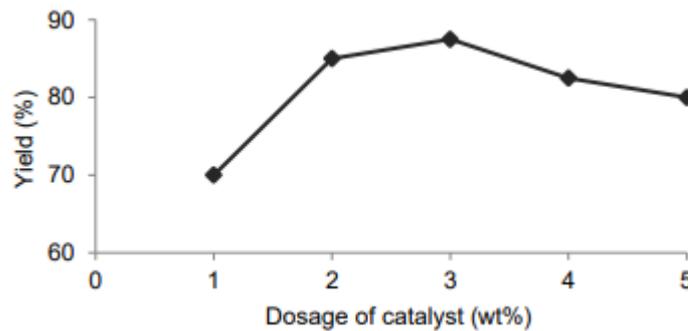


Gambar 4. Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi RBD palm olein (Nurhayati *et al.*, 2018)

2.3.1.3. Jumlah Katalis

Jumlah massa katalis dalam reaksi adalah faktor penting dalam menentukan laju reaksi. Artinya, dengan mengurangi energi aktivasi pembentukan biodiesel menjadi lebih cepat. Peningkatan jumlah katalis dapat meningkatkan rendemen biodiesel. Semakin banyak katalis yang digunakan maka jumlah molekul teraktivasi meningkat dan laju reaksi pun meningkat. Namun, ketika kondisi optimal tercapai, peningkatan jumlah katalis mengakibatkan penurunan produksi biodiesel. Hal ini disebabkan reaksi katalis yang berlebihan dengan trigliserida membentuk sabun. Lani *et al.* (2017) melakukan pengujian transesterifikasi menggunakan katalis CaO/Silika dengan jumlah yang bervariasi mulai dari 1, 2, 3,

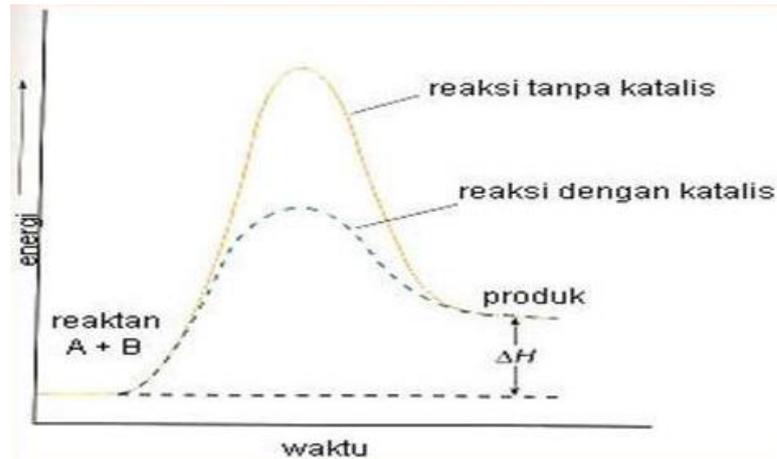
4, dan 5 wt%. Dari Gambar 5, terlihat bahwa konversi metil ester mengalami peningkatan dari jumlah katalis 1, 2, dan 3% dengan nilai konversi tertinggi yaitu 87,5%. Penambahan katalis sebanyak 4 dan 5% menghasilkan penurunan konversi metil ester hingga 82,5% dan 80%. Hal ini disebabkan jumlah katalis yang berlebih dapat menimbulkan viskositas campuran reaksi meningkat, menyebabkan difusi yang buruk antara reaktan dan katalis sehingga menurunkan hasil produksi metil ester.



Gambar 5. Pengaruh jumlah katalis CaO/Silika pada uji transesterifikasi (Lani *et al.*, 2017)

2.4 Katalis

Katalis adalah zat perantara yang dapat mempermudah berlangsungnya reaksi kimia. Katalis mempunyai peran yaitu untuk membawa sistem reaksi ke keadaan kesetimbangan kimia. Katalis meningkatkan laju dan selektivitas reaksi dengan mengubah jalur reaksi tanpa mengubah termodinamika reaksi (Satterfield, 1980). Katalis dapat menurunkan energi aktivasi, yaitu jumlah energi minimum yang diperlukan untuk menghasilkan suatu produk, meningkatkan laju reaksi, dan berinteraksi dengan reaktan untuk menghasilkan zat antara yang reaktif. Mekanisme kerja katalis dijelaskan pada Gambar 6.



Gambar 6. Kurva hubungan energi aktivasi dengan reaksi menggunakan katalis (Satterfield, 1980).

Gambar di atas menunjukkan bahwa katalis tidak merubah entalpi produk yang merupakan faktor termodinamika. Puncak pada grafik mewakili besarnya energi aktivasi (E_a) atau energi yang dibutuhkan untuk produk. Adanya katalis memungkinkan pembentukan produk pada suhu yang lebih rendah (Satterfield, 1980).

Katalis yang ideal memiliki karakteristik aktif, selektif, stabil, dan ekonomis. Katalis aktif ditunjukkan dapat mempercepat pembentukan zat antara karena interaksi antarpartikel reaktan. Selektif berarti terjadi peningkatan produk utama dan mengurangi jumlah produk sampingan. Stabil artinya katalis tidak mengalami perubahan sifat fisik dan kimia setelah reaksi. Ekonomis didefinisikan sebagai biaya penggunaan katalis yang hemat, tetapi jumlah produk yang dihasilkan tinggi. Katalisator yang mempercepat reaksi disebut katalis positif, sedangkan katalis yang memperlambat reaksi disebut katalis negatif.

2.5 Katalis untuk Pembuatan Biodiesel

Katalis yang digunakan dalam produksi biodiesel dapat dibedakan menjadi dua kelompok utama, yakni katalis kimia dan katalis biokimia atau enzim. Katalis kimia lebih rinci dibedakan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen.

2.5.1 Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama antara reaktan dan produk. Katalis homogen mempunyai selektivitas serta aktivitas yang tinggi jika dibandingkan dengan katalis heterogen, karena aktivitas molekul yang terjadi di dalam katalis homogen lebih maksimal karena memiliki fasa yang sama. Katalis ini mudah digunakan karena tidak membutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi dalam reaksi. Namun, katalis homogen memiliki kelemahan, yaitu sulitnya dilakukan pemisahan produk reaksi dengan katalis dan katalis ini bersifat korosif sehingga tidak ramah lingkungan. Katalis homogen yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi yaitu katalis asam dan basa. Terdapat beberapa katalis asam yang pernah digunakan oleh beberapa peneliti untuk uji transesterifikasi yaitu H_2SO_4 (Gebremariam *and* Marchetti, 2018) dan HCl (Su, 2013), juga berupa katalis basa, seperti NaOH (Lani *et al.*, 2017) dan KOH (Prasetyo *et al.*, 2022).

2.5.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki dua fasa yang berbeda antara reaktan dan produk, di mana katalis tidak bercampur pada saat bereaksi.

Penggunaan katalis heterogen lebih berkembang daripada katalis homogen, karena katalis heterogen relatif sederhana pada saat pemisahan katalis dengan produk dan stabilitas termal yang tinggi. Inilah yang membuat katalis heterogen lebih unggul daripada katalis lain dan membuatnya lebih sering digunakan (Atadashi *et al.*, 2013). Katalis padat adalah jenis katalis heterogen yang paling umum digunakan karena katalis padat yang berpori dibentuk oleh dua komponen, yaitu situs aktif yang berperan dalam memacu reaksi dan penyangga sebagai tempat permukaan katalis.

2.5.2.1 Situs Aktif Katalis

Situs aktif merupakan komponen utama katalis heterogen berupa logam transisi dengan orbital d kosong atau dengan satu elektron yang akan menyumbangkan molekul reaktan untuk membentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu. Situs aktif dari katalis yang bertanggung jawab untuk mempercepat dan mengarahkan reaksi. Oleh karena itu, komponen ini harus aktif mengkonversikan reaktan dan selektif dalam pembentukan produk. Terdapat beberapa unsur logam yang digunakan sebagai situs aktif, antara lain Zn (Trisunaryanti *and* Emmanuel, 2010), Ti (Pandiangan dkk., 2010), Cr (Trisunaryanti dkk., 2002), Ni (Tadeus dkk., 2013), Co (Trisunaryanti *and* Emmanuel, 2010), Cu (Sasahan dkk., 2013), dan Fe (Kusworo dkk., 2013). Namun, situs aktif yang dimanfaatkan selama reaksi transesterifikasi adalah oksida logam, seperti CaO, SrO, MgO, dan lain sebagainya.

2.5.2.2 Penyangga

Penyangga digunakan sebagai tempat untuk mendispersikan situs aktif guna memperbesar permukaan kontak antara fase aktif dan reaktan tanpa mengurangi aktivitas situs itu sendiri. Selain itu, fungsi lainnya adalah untuk bertindak sebagai permukaan yang stabil, di mana situs aktif tersebar sedemikian rupa sehingga sintering dapat dikurangi. Oleh karena itu, penyangga harus tahan terhadap pertumbuhan kristal karena panas, yang berarti harus memiliki titik leleh yang tinggi atau setidaknya lebih tinggi dari senyawa aktifnya (Nasikin dan Susanto, 2010). Terdapat beberapa penyangga yang dimanfaatkan dalam katalis, di antaranya silika (Benvenuti *and* Gushikem, 1998), alumina (Juwono *et al.*, 2019), dan zeolit (Sa'diyah dan Juliastuti, 2015).

2.5.3 Katalis Enzim

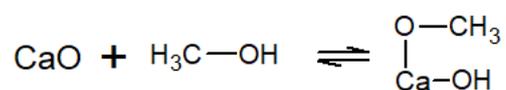
Enzim merupakan molekul organik yang berbentuk protein dalam ukuran koloid. Katalis enzim sering disebut biokatalis karena sering ditemukan di sistem biokimia dan memiliki peran penting dalam tubuh makhluk hidup. Katalis enzim bersifat efisien dan selektif dalam reaksi biokimia. Katalis enzim juga dapat

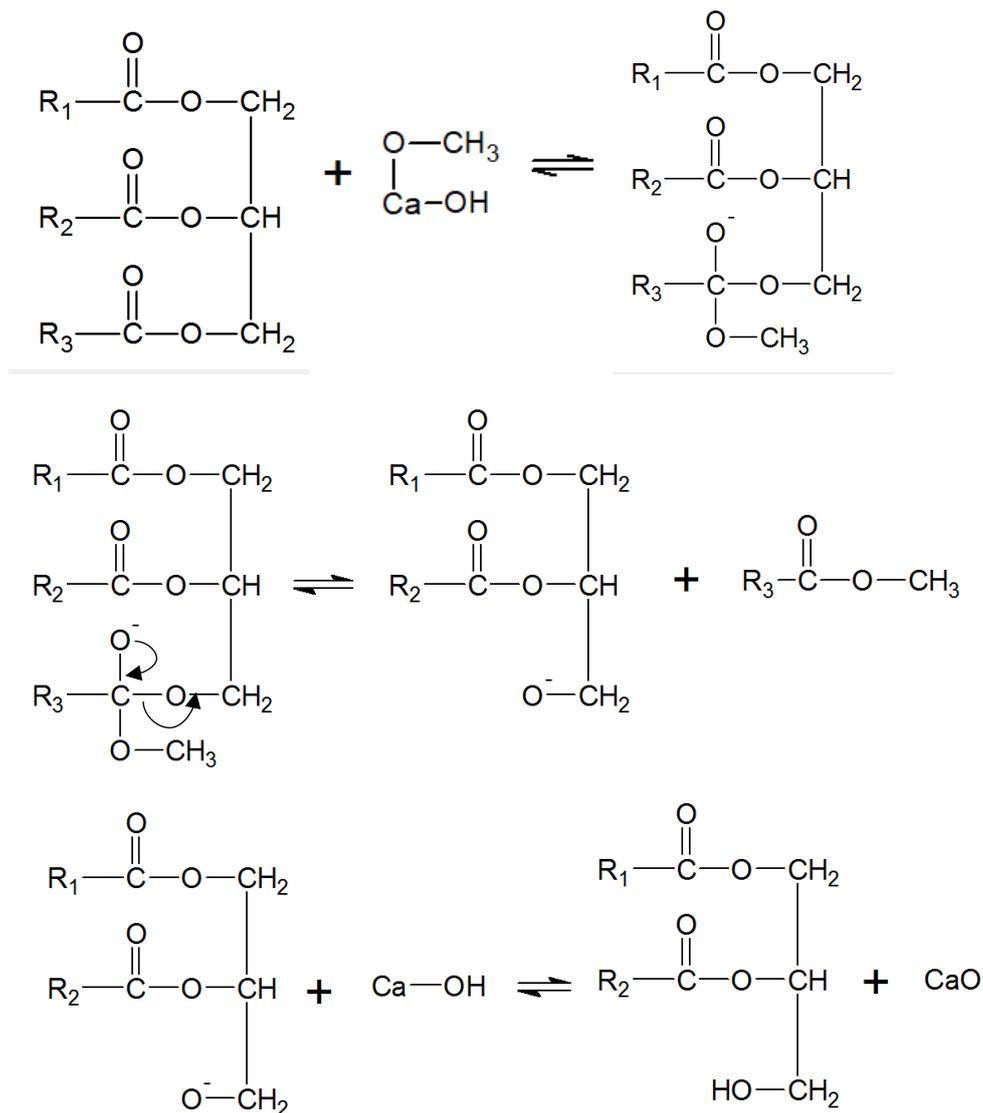
digunakan untuk mensintesis senyawa-senyawa kimia yang merupakan salah satu terobosan dalam teknologi sintesis, seperti sintesis surfaktan dan sintesis senyawa antioksidan. Mulya dkk. (2020) telah berhasil menggunakan enzim lipase sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi asam lemak untuk sintesis emulsifier. Wijayati dkk. (2016) juga menggunakan enzim lipase sebagai biokatalisator dalam sintesis senyawa ester-C yang merupakan turunan dari vitamin C.

2.6 Kalsium Oksida (CaO)

CaO bersifat higroskopis dengan massa molekul relatif 56,08 g/mol, titik didih 2850 °C dan titik leleh 2600 °C, tidak dapat homogen dalam asam, memiliki struktur oktahedral, dan luas permukaannya berkisar 0,56 m²/g. CaO dapat diaplikasikan pada industri kertas, semen, pupuk, pemutih, dan katalis (Liu *et al.*, 2008). Karena sifat CaO yang basa maka beberapa peneliti telah mendapatkan hasil bahwa CaO dapat dijadikan katalis basa kuat dengan hasil produk berupa biodiesel. Karena kebasaaan CaO tersebut, CaO sebagai katalis dapat memiliki kemampuan aktivitas reaksi yang tinggi serta minimnya biaya katalis. Liu *et al.* (2008) melakukan percobaan menggunakan katalis CaO yang direaksikan dengan larutan CaCO₃ dan dikalsinasi untuk reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dan menghasilkan produk 93%.

Gambar 7 di bawah ini adalah mekanisme reaksi transesterifikasi padat dengan katalis heterogen basa CaO dengan penambahan sedikit air. Sisi aktif dari mekanisme ini adalah metoksi anion (Liu *et al.*, 2008).





Gambar 7. Mekanisme reaksi transesterifikasi basa heterogen dengan katalis CaO (Liu *et al.*, 2008).

Liu *et al.* (2008) menemukan bahwa mekanisme transesterifikasi gliserida untuk produksi biodiesel adalah:

1. Karbonil dari trigliserida diserang oleh metoksi anion dan membentuk zat tetrahedral intermediet.
2. Tetrahedral intermediet tersebut mengambil ion H^+ dari CaO. Proses reaksi juga berlangsung antara tetrahedral metoksi dengan metanol hingga terbentuk metoksi anion.

3. Tahap terakhir yaitu penataan kembali tetrahedral intermediet untuk memproduksi biodiesel dan gliserol.

2.7 Silika

Silika adalah senyawa oksida logam yang berlimpah di alam, namun tidak dalam keadaan bebas melainkan terikat dengan senyawa lain secara kimia ataupun fisik. Silika disebut juga senyawa “*silicon dioxide*” dengan rumus kimia SiO_2 . Silika gel (*precipitated silica*) banyak dimanfaatkan dalam kebutuhan industri karena karakteristik dan morfologinya yang unik, meliputi volume pori yang besar, luas permukaan, dan memiliki kemampuan adsorpsi atau penyerapan. Aplikasi dalam kehidupan sehari-hari yaitu sebagai pasta gigi, pelapisan kertas (*paper coating*), pemrosesan bir, farmasi, *antiblocking agent*, dan *desiccant*. Namun, untuk pemanfaatan sebagai adsorben, katalis, atau *drug delivery system*, dibutuhkan silika dengan spesifikasi yang berbeda sehingga sintesisnya disesuaikan hingga memperoleh struktur pori yang diinginkan.

Silika merupakan hasil polimerisasi asam silikat, tergantung pada asal kejadiannya silika dapat berstruktur kristalin ataupun amorf. Kualitas yang berkaitan dengan pemanfaatannya ditentukan oleh berbagai faktor, yaitu stuktur internal, ukuran partikel, porositas, luas permukaan, ketahanan, dan polaritasnya (Sulastri, 2011). Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat serta memiliki struktur dengan empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom pusat yaitu atom silikon. Mineral silika adalah senyawa yang banyak terdapat dalam bahan tambang atau galian berupa mineral, seperti pasir dan granit. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih yang berasal dari proses pelapukan batuan sedimen yang terdapat mineral utama, seperti feldspar (K , Na dan $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) dan kuarsa. Hasil pelapukan kemudian tercuci dan terbawa oleh angin yang mengendap di tepi sungai atau laut. Salah satu material yang mengandung mineral feldspar dan kuarsa adalah batu apung. Trianasari dkk. (2017) telah melakukan sintesis silika dari batu apung dengan hasil dari

karakterisasi SEM-EDS, yaitu 78,95 % yang disintesis menggunakan metode ekstraksi.

2.7.1 Silika Batu Apung

Batu apung merupakan batuan vulkanis yang terbuat dari magma yang memiliki banyak gas terlarut atau volatile di dalamnya. Hal tersebut membuat batu apung memiliki banyak pori-pori sehingga memiliki massa yang ringan dan berat jenis kurang dari satu. Batu apung kaya dengan kandungan gelas/silikat dan umumnya berwarna terang. Batu apung mengandung jumlah sel yang banyak (berstruktur selular) akibat ekspansi buih gas alam yang terkandung di dalamnya dan pada umumnya terdapat sebagai bahan lepas atau fragmen-fragmen dalam batuan breksi gunung api. Mineral-mineral yang terdapat dalam batu apung adalah feldspar, kuarsa, obsidian, kristobalit, dan tridimit. Batu apung memiliki senyawa oksida, seperti SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , MgO , CaO , TiO_2 , SO_3 , dan Cl , yang juga memiliki sifat kimia dan fisika antara lain sebagai berikut:

- Hilang pijar (*loss of ignition*) 6%
- pH 5
- Bobot isi ruah (perbandingan massa pervolume partikel ditambah dengan ruang pori) 480-960 kg/cm^3
- Peresapan air (*water absorption*) 16,67%
- Berat jenis 0,8 g/cm^3

Metode yang digunakan untuk mensintesis batu apung menjadi silika adalah metode ekstraksi menggunakan NaOH. Mourhly *et al.* (2015) melakukan penelitian dengan mensintesis silika dari batu apung (*pumice rock*) yang berasal dari daerah Maroko. Reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis serbuk silika pada batu apung yang dilakukan oleh Mourhly *et al.* (2015) yaitu:



Ketika serbuk batu apung dicampurkan dengan natrium hidroksida akan dihasilkan natrium silikat yang bercampur air. Natrium silikat direaksikan dengan asam sulfat hingga terjadi endapan dari silika, natrium sulfat, dan air. Setelah itu, dilakukan proses kalsinasi sehingga natrium sulfat dan air akan menghilang dan yang tertinggal hanyalah silika murni. Sepehr *et al.* (2013) melakukan sintesis batu apung menjadi silika dengan melarutkan NaOH 2 M, kemudian residu yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu 750 °C. Silika yang dihasilkan berupa silika amorf.

2.8 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel adalah proses pengendapan partikel (berukuran nm) dari suspensi koloid ke permukaan, menghasilkan bahan keramik. Partikel padat yang diinginkan (misalnya alkoksida logam) tersuspensi dalam cairan, membentuk 'sol' yang diendapkan pada substrat dengan memutar, mencelupkan atau melapisi, atau dipindahkan ke cetakan/*template*. Partikel dalam sol dipolimerisasi dengan penguapan parsial pelarut, atau penambahan inisiator, membentuk gel yang kemudian dipanaskan pada suhu tinggi untuk menghasilkan produk padat akhir. Sol-gel memiliki sifat amorf dan mempunyai dimensi pori yang tak sama (Zawrah *et al.*, 2009).

Metode sol-gel merupakan metode yang digunakan pada suhu yang rendah dan dapat menghasilkan bentuk bubuk yang sangat halus. Dapat dilihat dari manfaat yang dihasilkan, yaitu untuk sintesis kaca, silika, dan bahan keramik. Metode ini memiliki kontrol yang sangat baik terhadap kemurnian dan komposisi produk (Zawrah *et al.*, 2009). Metode sol-gel telah banyak digunakan dalam penelitian, seperti proses ekstraksi silika dari abu tongkol jagung (Okoronkwo *et al.*, 2013), pembuatan keramik cordierite (Sembiring dan Manurung, 2009), pembuatan oksida indium (In_2O_3) (Widodo, 2010). Namun, terdapat beberapa kelemahan dari metode sol-gel ini, di antaranya biaya bahan baku yang cukup tinggi dan seringkali terjadi penyusutan volume dalam jumlah yang tinggi karena mengalami keretakan selama pengeringan.

2.9 Kalsinasi

Kalsinasi adalah proses perlakuan termal yang diterapkan pada bahan padat untuk menghasilkan dekomposisi termal, transisi fase, atau penghilangan fraksi volatil. Proses kalsinasi biasanya berlangsung pada suhu di bawah titik leleh bahan. Kalsinasi harus dibedakan dari pengeringan dengan oven, di mana reaksi gas-padat yang lebih kompleks terjadi antara atmosfer tungku dan padatan, namun kalsinasi terjadi tanpa adanya udara. Kalsinasi dapat menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti H_2O dan gas CO_2 . Selain itu, suhu dan laju reaksi saling berpengaruh, semakin tinggi suhu yang digunakan maka laju dari reaksi tersebut semakin bertambah. Besar suhu kalsinasi dalam suatu penelitian tidak hanya mempengaruhi pertumbuhan fasa kristal, melainkan juga besar luas permukaan suatu bahan (Sunarno, 2013). Berdasarkan teori, meningkatnya suhu kalsinasi akan membuat ukuran serbuk padatan semakin kecil yang menunjukkan ikatan antar serbuk atau butiran semakin tinggi pada permukaan dan menghasilkan tingginya nilai kekerasan.

Tergantung pada jenis bahan yang digunakan, kalsinasi mempunyai perlakuan atau penyiapan yang berbeda untuk diproses lebih lanjut sehingga dapat menghasilkan ukuran partikel butiran yang optimum dan terurainya senyawa-senyawa garam menjadi oksida dan menjadi berfasa kristal. Tahapan terjadinya proses kalsinasi yaitu:

- a. Penguraian air (H_2O) dan (O-H) yang terikat pada suhu 100 – 300 °C.
- b. Penguraian gas seperti karbon dioksida (CO_2) yang juga terjadi penurunan massa pada suhu 600 °C.
- c. Pada suhu sekitar 800 °C atau di atasnya, struktur kristal terbentuk ditandai dengan mudahnya ikatan antara partikel serbuk untuk lepas.

Contoh proses kalsinasi pada bidang industri adalah sebagai berikut:

- a) dekomposisi mineral terhidrasi, seperti dalam kalsinasi bauksit untuk menghilangkan air kristal sebagai uap air;

- b) dekomposisi mineral karbonat, seperti dalam kalsinasi batu kapur untuk mengusir karbon dioksida;
- c) dekomposisi bahan yang mudah menguap yang terkandung dalam kokas minyak mentah;
- d) perlakuan panas untuk mempengaruhi transformasi fase, seperti dalam konversi anatase menjadi rutil atau devitrifikasi bahan kaca.

Kalsinasi biasanya berlangsung pada atau di atas suhu dekomposisi termal atau suhu transisi. Suhu ini biasanya didefinisikan sebagai suhu di mana energi bebas reaksi standar *Gibbs* untuk reaksi kalsinasi tertentu sama dengan nol. Sebagai contoh, pada kalsinasi batu kapur, suatu proses dekomposisi reaksi kimianya adalah $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_{2(g)}$. Energi bebas reaksi standar *Gibbs* diperkirakan sebagai $\Delta G^\circ_r = 177.100 - 158 T$ (J/mol). Energi bebas standar reaksi sama dengan nol dalam hal ini ketika suhu sama dengan 848 °C.

Contoh reaksi dekomposisi kimia yang umum dalam proses kalsinasi dan suhu dekomposisi termal masing-masing meliputi:



2.10 Karakterisasi Katalis CaO/SiO₂

2.10.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Fluorescent X-Rays adalah gelombang elektromagnetik yang terbentuk ketika sinar-X yang disinari memaksa elektron kulit bagian dalam dari atom penyusunnya ke kulit terluar dan elektron kulit terluar segera pindah ke kulit dalam untuk mengisi kekosongan. *Fluorescent X-Rays* ini memiliki energi yang khas untuk setiap jenis unsur yang memungkinkan analisis kualitatif dengan menggunakan hukum Moseley dan analisis kuantitatif dengan menggunakan intensitas (jumlah foton) dari setiap energi sinar-X. Spektrometer fluoresensi sinar-X atau *X-Ray Fluorescence* (XRF) adalah instrumen sinar-X yang digunakan untuk analisis kimia batuan, mineral, sedimen, dan relatif tidak merusak.

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Pada hasil kualitatif diberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan dengan adanya spektrum unsur pada energi sinar-X. Lalu pada hasil kuantitatif diberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum.

Munasir dkk. (2012) telah melakukan uji XRF pada bahan material batuan dan pasir dengan tujuan untuk mengidentifikasi kandungan unsur oksida di dalam bahan alam jenis batuan atau pasir kuarsa dengan kemurnian tinggi (> 50%), khususnya sebagai sumber oksida SiO₂ (*silica*) dan CaCO₃ (*calcite*). Nampak dari tabel tersebut bahwa kandungan unsur kimia tertinggi dari pasir adalah Si kemudian diikuti oleh Ca dan K. Dilakukan pengolahan data dengan *software* pada alat XRF, diperoleh bahwa kandungan oksida yang terbesar yaitu SiO₂ sebanyak 76,8% (pasir Tuban) dan 65,9-75,3% (Sumenep). Kandungan unsur terbesar dari batuan (onik) adalah Ca, kemudian diikuti oleh Si dan Fe. Jika diolah dengan *software* pada alat XRF, diperoleh komposisi oksida terbesarnya yaitu CaO atau CaCO₃ sebesar 98,32%.

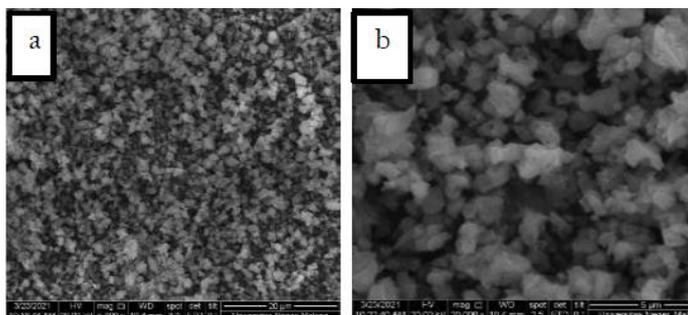
Tabel 4. Referensi hasil XRF pasir dan batuan

Unsur	Pasir			Batuan (onik)	Oksida
	Tuban	Lembang	Slopeng		
Si	59,000	58,300	48,100	2,032	SiO ₂
K	2,690	0,000	0,560	0,873	K ₂ O
Ca	34,900	34,100	42,600	93,00	CaO
Ti	0,570	1,340	0,920	2,560	TiO ₂
Cr	0,055	0,110	0,059	0,000	Cr ₂ O ₃
Fe	1,320	4,090	5,460	1,209	Fe ₂ O ₃
Ni	0,020	0,000	0,000	0,000	V ₂ O ₅
Cu	0,061	0,061	0,067	0,000	CuO

(Munasir dkk., 2012)

2.10.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang memindai permukaan mikroorganisme yang menggunakan elektron yang bergerak dengan energi rendah untuk memfokuskan dan memindai bahan atau material. SEM memiliki panjang gelombang yang sangat pendek dibandingkan dengan mikroskop cahaya yang memungkinkan daya resolusi yang lebih baik. SEM menggunakan sinar terfokus elektron energi tinggi untuk menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan bahan padat. Sinyal yang berasal dari interaksi sampel elektron mengungkapkan informasi tentang sampel termasuk morfologi eksternal (*texture*), komposisi kimia, dan struktur kristal, serta orientasi bahan yang membentuk sampel. Dalam sebagian besar aplikasi, data dikumpulkan di atas area permukaan sampel yang dipilih dan menghasilkan gambar 2 dimensi yang menampilkan variasi spasial dalam material ini.



Gambar 8. Foto hasil uji SEM katalis CaO dengan (a) perbesaran 5000 kali (b) perbesaran 20000 kali (Ndak dkk., 2021).

2.10.3 Brunauer, Emmett and Teller (BET)

Brunauer-Emmett-Teller (BET) atau disebut juga *Surface Area Analysis* adalah pengukuran multi-titik dari luas permukaan spesifik analit (m^2/g) melalui analisis adsorpsi gas, di mana gas inert seperti nitrogen terus mengalir di atas sampel padat, atau sampel padat tersuspensi dalam volume gas tertentu. Molekul gas kecil teradsorpsi ke substrat padat dan struktur berporinya karena gaya Van der Waals yang lemah membentuk lapisan tunggal gas yang teradsorpsi. Lapisan

monomolekuler ini dan laju adsorpsi dapat digunakan untuk menghitung luas permukaan spesifik sampel padat dan geometri porinya, dan juga untuk meneliti tentang reaktivitas dan bioavailabilitas produk farmasi. Katalis yang merupakan material berpori cocok untuk dikarakterisasi menggunakan instrumen BET.

Khazaai *et al.*, (2021) melakukan karakterisasi BET terhadap katalis CaO dan CaO/SiO₂. Terlihat pada Tabel 5, CaO yang dikalsinasi memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dibandingkan dengan CaO/SiO₂, karena adanya proses transformasi komposisi pada CaO yang dikalsinasi yang dapat meningkatkan luas permukaan dan adanya susunan *close-packed* satu sama lain. CaO/SiO₂ memiliki luas permukaan yang lebih rendah karena SiO₂ yang tidak dikalsinasi dan dicerminkan oleh perubahan katalis pada oksida logam, sedangkan volume pori CaO/SiO₂ yang semakin kecil menunjukkan bahwa SiO₂ berhasil diimpregnasi dengan CaO.

Tabel 5. Referensi hasil BET katalis CaO dan CaO/SiO₂

Karakteristik	CaO yang dikalsinasi	CaO/SiO₂
Luas permukaan BET (m ² /g)	9,11	2,73
Volume pori (cm ³)	0,0358	0,0106
Ukuran pori (nm)	15,7129	15,5863

(Khazaai *et al.*, 2021)

2.10.4 Particle Size Analyzer (PSA)

PSA digunakan untuk mengkarakterisasi distribusi ukuran partikel dalam sampel tertentu. Analisis ukuran partikel dapat diterapkan pada bahan padat, suspensi, emulsi, dan bahkan aerosol. PSA menggunakan metode *Dynamic Light Scattering* (DLS), memanfaatkan hamburan inframerah ke dalam sampel menyebabkan sampel bereaksi menghasilkan gerak Brown (partikel yang sangat kecil di cairan karena tumbukan dengan molekul yang ada dalam cairan). Gerakan ini kemudian dianalisis dengan alat, semakin kecil ukuran molekulnya maka gerakannya akan lebih cepat.

PSA adalah uji yang penting digunakan untuk kontrol kualitas di banyak industri yang berbeda. Di hampir setiap industri di mana penggilingan digunakan, ukuran partikel merupakan faktor penting dalam menentukan efisiensi proses dan hasil produk akhir. PSA terutama digunakan untuk sampel-sampel dalam ukuran nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecenderungan menggumpal yang tinggi. Hal ini karena partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi menggumpal. Dengan demikian, ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu, hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Keunggulan dari PSA antara lain lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain, seperti XRD ataupun SEM. Hal ini karena partikel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Kedua, hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Ketiga, rentang pengukuran dari 0,6 nanometer hingga 7 mikrometer (Rusli, 2011).

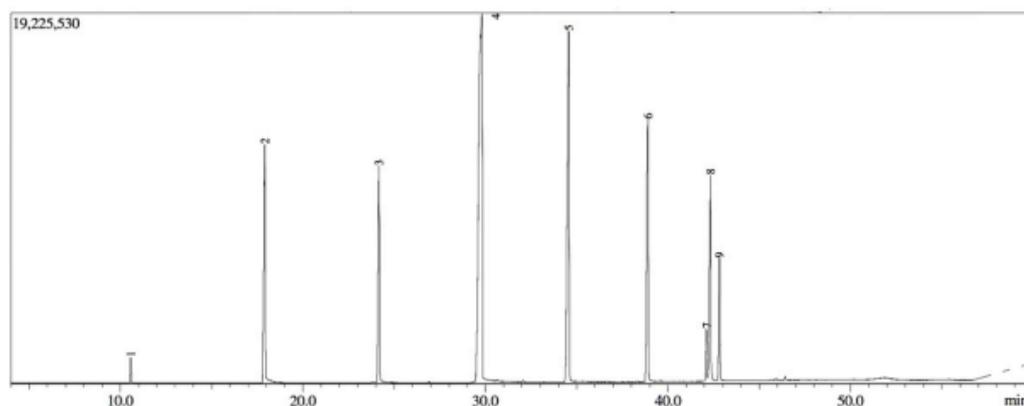
2.11 Karakterisasi Biodiesel

2.11.1 Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

GC-MS adalah metode untuk menganalisis campuran bahan kimia organik. Kromatografi Gas (GC) memisahkan komponen campuran, dan Spektrometri Massa (MS) sebagai detektor mencirikan masing-masing komponen secara individual. Kombinasi dari dua teknik memungkinkan untuk evaluasi kualitatif dan kuantitatif dari sampel yang mengandung sejumlah senyawa organik.

Komponen dalam GC-MS adalah tangki pembawa gas dan pengatur tekanan, tempat injeksi sampel, kolom kromatografi, detektor dengan termostat, amplifier, dan perekam. GC-MS bekerja dengan memilih molekul gas bermuatan berdasarkan massa dan berat, mengubah sampel menjadi ion yang bergerak untuk mendapatkan spektrum, dan kemudian memisahkan berdasarkan rasio massa

terhadap muatan (m/e). Metode analisis dilakukan dengan membandingkan konsentrasi massa atom dari spektrum yang diperoleh. Teknik spektroskopi ini menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan laju migrasi komponen penyusun senyawa. Contoh kromatogram biodiesel ditunjukkan pada Gambar 9 di bawah ini.



Gambar 9. Kromatogram hasil transesterifikasi minyak kelapa (Pandiangan *et al.*, 2016)

Untuk mendukung dan mengidentifikasi senyawa pada kromatogram maka kromatogram disertai dengan waktu retensi, persen relatif, dan pendugaan senyawa. Tabel 6 merupakan contoh data yang disajikan berdasarkan kromatogram pada Gambar 7.

Tabel 6. Referensi hasil analisis GC-MS biodiesel minyak kelapa

Nomor puncak	Waktu retensi	Senyawa	Persentase (%)
1	10,568	Metil kaproat	0,64
2	17,913	Metil kaprilat	9,24
3	24,168	Metil kaprat	7,56
4	29,813	Metil laurat	37,62
5	34,559	Metil miristat	19,77
6	38,893	Metil palmitat	11,19
7	42,103	Metil linoleat	1,88
8	42,320	Metil oleat	8,14
9	42,822	Metil stearat	3,98

Dari Gambar 9 ditunjukkan 11 puncak yang diamati dalam kromatogram dan 8 di antaranya adalah metil ester asam lemak yang menyusun minyak biji karet dan minyak kelapa. Adanya metil laurat pada Tabel 6 menunjukkan bahwa asam laurat yang merupakan komponen paling melimpah dari minyak kelapa telah diubah menjadi biodiesel. Dapat pula disimpulkan bahwa minyak kelapa sebagai *co-reactan* yang mengkonversi minyak biji karet menjadi biodiesel (Pandiangan *et al.*, 2016).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilakukan dari bulan September 2023 – Maret 2024 di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi dan analisis dilakukan di beberapa tempat institusi, yakni XRF di Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Negeri Padang, analisis morfologi permukaan dan konstituen unsur menggunakan SEM dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LT-SIT) Universitas Lampung, BET di Institut Teknologi Bandung, PSA di Universitas Padjajaran, dan analisis produk menggunakan GC-MS dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Gadjah Mada.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, antara lain neraca analitik, oven, *hotplate*, *furnace*, pengaduk magnetic (*stirrer*), mortar dan alu, ayakan, cawan porselin, kertas saring, termometer, corong pisah, kertas indikator universal, perangkat transesterifikasi, dan peralatan plastik dan gelas.

Karakterisasi dilakukan dengan instrumen *X-Ray Fluorescence* (XRF) dengan PANalytical Epsilon 3, *Particle Size Analyzer* (PSA) Beckman Coulter LS 13 320, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan ZEISS EVO MA 10, dan *Brunauer-Emmett and Teller* (BET) dengan Quantachrome Instruments. Analisis produk menggunakan peralatan GC-MS tipe GCMS-QP2010 SE SHIMADZU. Analisis produk juga dilakukan untuk penetapan beberapa parameter teknis biodiesel sesuai SNI 7182:2015.

Bahan-bahan yang digunakan adalah batu kapur yang diperoleh dari daerah Halaban, Sumatera Barat; batu apung dari Pantai Sebalang, Tarahan, Lampung Selatan; minyak kelapa merek Barco; NaOH; metanol; akuades; dan HNO₃.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Batu Apung

Batu apung yang diambil dari pinggir Pantai Sebalang, Tarahan, Lampung Selatan dibersihkan dari pengotor dengan cara direndam dengan menggunakan air, lalu dicuci secara berulang menggunakan akuades dan disikat pada beberapa bagiannya untuk menghilangkan pengotor yang masih menempel pada permukaan batu apung. Kemudian, dikeringkan di bawah sinar matahari selama 12 jam dan dikeringkan kembali dengan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 10 jam. Batu apung yang sudah kering selanjutnya dihaluskan, kemudian diayak agar terbentuknya serbuk dengan luas permukaan yang sama, dicuci kembali dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama semalam. Setelah dikeringkan, serbuk batu apung tersebut dapat diekstrak untuk mendapatkan silika amorf.

3.3.2 Ekstraksi Silika Amorf Batu Apung

Sebanyak 40 g serbuk batu apung diekstraksi dalam 600 mL NaOH dengan konsentrasi 2,5 M dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 100 °C selama 24 jam (Pandiangan *et al.*, 2024). Natrium silikat yang terbentuk disaring dan filtratnya di-aging selama semalaman pada suhu ruang. Filtrat dititrasi dengan HNO₃ 3 M untuk menetralkan filtrat dan menghasilkan silika gel berwarna putih. Gel didiamkan selama 4 jam, dilanjutkan dengan pencucian dengan akuades panas, lalu dikeringkan dengan dimasukkan ke dalam oven sampai kandungan air hilang, dan terakhir dihaluskan.

3.3.3 Preparasi CaO dari Batu Kapur

Batu kapur yang telah diperoleh dari Halaban, Sumatera Barat dipreparasi dengan mencucinya, lalu menggerusnya dan diayak dengan ayakan 200 nm. Kemudian, serbuk batu kapur dikalsinasi selama 6 jam dengan suhu 600 °C.

3.3.4 Sintesis Katalis CaO/SiO₂ Metode Sol-Gel

Sebanyak 4 g serbuk CaO dilarutkan ke dalam larutan asam kuat yaitu HNO₃. Silika bubuk yang telah diekstraksi dilarutkan ke dalam larutan NaOH 1,5% sebanyak 20 g dengan volume larutan NaOH 1,5% adalah 600 mL. Kemudian, larutan diaduk dengan pengaduk magnetik sampai terbentuk sol silika. Selanjutnya, ke dalam sol silika tersebut ditambahkan larutan CaO yang telah larut dengan HNO₃ pada tahap sebelumnya. Sintesis CaO/SiO₂ ini dilakukan dengan komposisi massa tetap yaitu 1:5 (Pandiangan *et al.*, 2024).

Campuran CaO dan sol silika tersebut tetap diaduk hingga pH netral dan terjadi pembentukan gel. Gel yang didapatkan kemudian disaring dengan kertas saring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C hingga kering atau hilangnya kandungan air. CaO/SiO₂ yang terbentuk selanjutnya dihaluskan dan dikalsinasi selama 6 jam pada suhu 800 °C. Proses kalsinasi dilakukan dengan kenaikan suhu secara bertahap sebesar 10 °C/menit (*gradual heating*). Selanjutnya, CaO/SiO₂ kering digerus hingga diperoleh katalis dalam bentuk bubuk.

3.3.5 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi CaO/SiO₂ dilakukan untuk mengetahui sifat atau karakteristik dari katalis yang telah disintesis. Karakterisasi ini meliputi *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Particle Size Analyzer* (PSA), dan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET).

3.3.6 Percobaan Transesterifikasi

Katalis CaO/SiO_2 yang telah dikalsinasi pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ digunakan sebagai katalis reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan metanol. Fokus kajian dititikberatkan pada pengaruh perbandingan minyak dan metanol, jumlah katalis, dan waktu reaksi transesterifikasi terhadap jumlah rendemen reaksi.

Proses transesterifikasi dilangsungkan dalam reaktor yang dilengkapi dengan kondensor, termometer, *hotplate*, spinbar, dan sebuah *oil bath*. Pada tahap awal, ditambahkan sejumlah tertentu metanol dan katalis (persen massa katalis/massa minyak kelapa), kemudian dimasukkan ke dalam reaktor transesterifikasi.

Transesterifikasi dilakukan pada suhu konstan $70\text{ }^\circ\text{C}$ selama 30 menit. Katalis terbaik ditentukan berdasarkan persen konversi minyak menjadi metil ester yang juga dilihat pengaruh variabel kinetis lainnya, yakni nisbah metanol terhadap minyak kelapa, jumlah katalis, dan waktu transesterifikasi.

3.3.6.1 Perbandingan Nisbah Minyak Kelapa terhadap Metanol

Variabel yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi, yakni nisbah metanol terhadap minyak, kondisi tersebut dilakukan untuk menentukan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini, dilakukan dengan variasi nisbah metanol terhadap minyak yang digunakan adalah dengan volume minyak sebagai variabel tetap yakni digunakan sebanyak 10 mL, sedangkan volume metanol divariasikan menjadi 60, 70, 80, 90, dan 100 mL, jumlah katalis sebesar 10% dari berat minyak. Pada uji reaksi transesterifikasi, minyak kelapa, metanol, katalis, dan pengaduk magnet dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang selanjutnya direfluks selama 30 menit pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$.

Setelah tahap refluks, kemudian didiamkan pada suhu kamar, disaring dan dipisahkan menggunakan corong pisah. Selama 24 jam didiamkan agar terjadi pemisahan antara produk biodiesel dengan minyak yang tersisa (Pandiangan *et al.*,

2024). Setelah terpisah didapatkan biodiesel dan dilakukan pengukuran volume yang kemudian dilakukan penentuan persen konversi minyak. Hasil konversi terbanyak dari nisbah metanol terhadap minyak yang bervariasi ini merupakan hasil yang akan digunakan pada penelitian selanjutnya, yaitu penentuan jumlah katalis optimum.

3.3.6.2 Jumlah katalis

Setelah dilakukan tahap penentuan kondisi optimum dari nisbah metanol terhadap minyak, maka dilakukan untuk penentuan jumlah katalis optimum. Dalam penelitian ini, variasi jumlah katalis yang digunakan adalah 2,5; 5; 7,5; 10; dan 12,5% dari berat minyak. Jumlah katalis yang menghasilkan konversi minyak terbanyak merupakan jumlah katalis optimum.

3.3.6.3 Waktu transesterifikasi

Setelah didapatkan nisbah metanol terhadap minyak dan jumlah katalis yang optimum, maka perlu dilakukan percobaan untuk melihat waktu optimum yang dibutuhkan transesterifikasi. Pada penelitian ini dilakukan variasi percobaan dengan waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit.

3.3.7 Analisis Produk Hasil Transesterifikasi

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

Produk yang dihasilkan dari kondisi optimum reaksi transesterifikasi minyak dianalisis menggunakan GC-MS. Analisis GC dilakukan dengan menginjeksi sampel ke kolom GC lewat *heated injection port* yang selanjutnya akan dibawa gas pembawa, yakni helium dengan laju alir 4 mL/menit melewati kolom GC yang memiliki cairan pelapis (fasa diam) yang inert. Sampel masuk ke pencatat ionisasi nyala (*Flame Ionization Detector*-FID) kemudian diteruskan ke perekam

sehingga menghasilkan kromatogram untuk dianalisis baik kualitatif dan kuantitatif.

Hasil rekaman berupa sebuah kromatogram berbentuk puncak-puncak dengan pola yang sesuai dengan kondisi sampel dan jenis detektor yang digunakan. Pemindaian selanjutnya dilakukan untuk mencatat spektrum massa dalam interval 0,5-1 detik selama pemisahan GC dan pola spektrum tersebut digunakan untuk penentuan jenis senyawa organik yang terdapat dalam sampel. Untuk mengevaluasi kesesuaian produk sebagai biodiesel, analisis juga dilakukan terhadap beberapa parameter yang dipersyaratkan sesuai SNI 7182:2015.

3.3.7.2 Analisis Densitas Biodiesel

Densitas dapat dianalisis dengan prinsip perbandingan massa sampel tanpa udara pada suhu dan volume tertentu dengan massa air pada suhu dan volume yang sama. Analisis uji densitas pada biodiesel dapat dimulai dari menimbang piknometer yang kering. Selanjutnya, piknometer diisi dengan akuades pada suhu 20 °C dan ditempatkan dalam *water bath* pada suhu 25 °C selama 30 menit. Upaya ini dilakukan untuk menghindari adanya gelembung udara di dalam piknometer yang berisi akuades maupun sampel. Setelah itu, piknometer diangkat, dikeringkan, dan diukur beratnya. Berat akudes didapat dengan menghitung selisih berat piknometer yang berisi akuades dengan berat piknometer kosong.

Pada langkah berikutnya, sampel biodiesel dimasukkan ke dalam piknometer yang sebelumnya telah dibersihkan dan dikeringkan hingga meluap tanpa membentuk gelembung udara. Bagian luar piknometer dikeringkan dan piknometer ditempatkan di dalam *water bath* pada suhu konstan 25 °C selama 30 menit. Piknometer diangkat dari *water bath*, kemudian dikeringkan, dan diukur beratnya. Berat sampel dihitung dengan mengurangkan berat piknometer yang berisi sampel dengan berat piknometer kosong, sehingga densitas dapat dihitung dengan persamaan:

$$\rho_{\text{sampel}} = \frac{\text{massa sampel}}{\text{massa air}} \times \rho_{\text{air}}$$

3.3.7.3 Analisis Viskositas Biodiesel

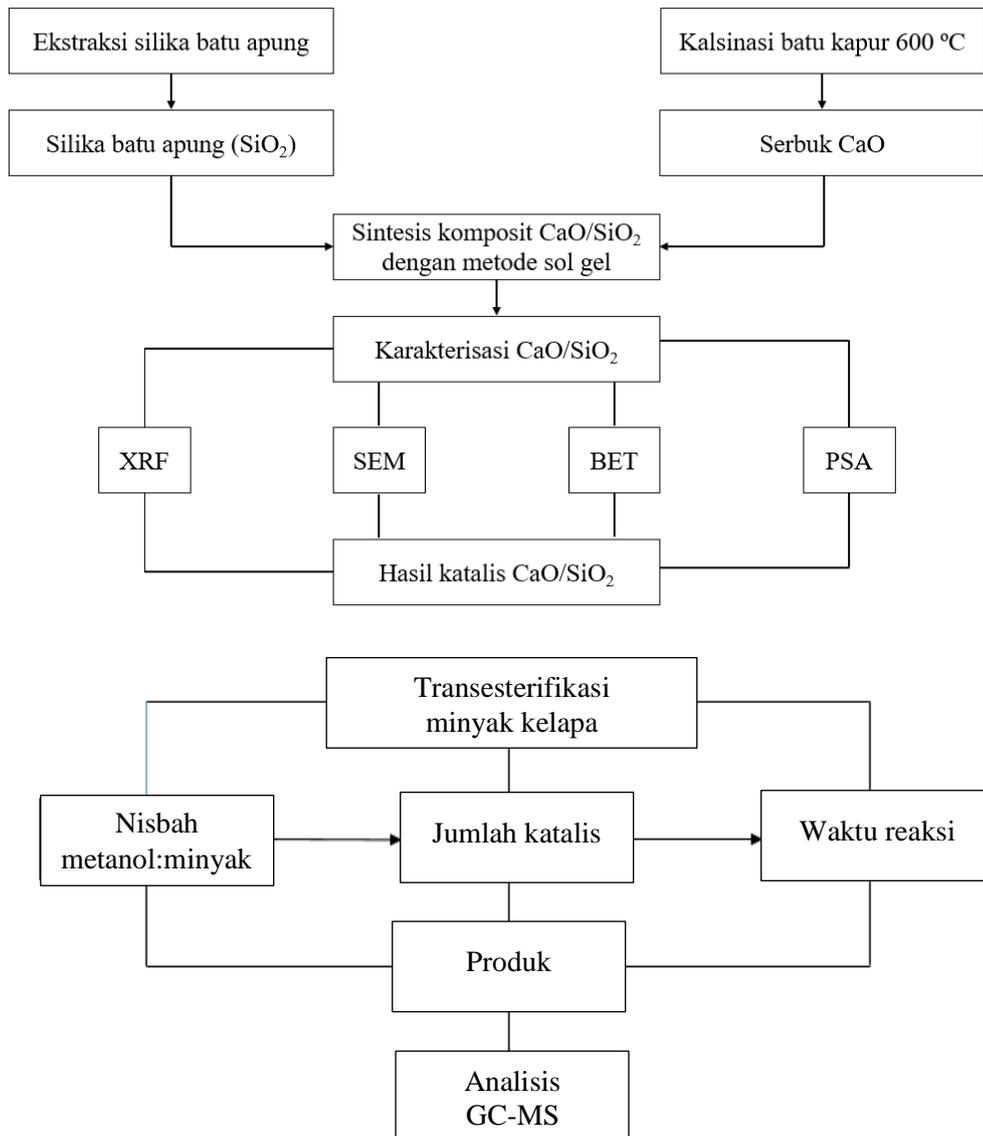
Penentuan viskositas biodiesel pada penelitian ini dilakukan menggunakan Viskometer Ostwald dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Isi viskometer dengan sampel lalu diletakkan di dalam bak (suhu bak viskometer dinaikkan pada 15-100 °C hingga diperoleh kisaran waktu 30 menit).
2. Jika kondisi viskometer telah mencapai kondisi yang diinginkan maka ketinggian sampel dengan kapiler disesuaikan menggunakan pompa hisap hingga melebihi sedikit garis batas (a).
3. 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)).
4. Pengukuran dilakukan tiga kali. Nilai viskositas kemudian dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$U = \frac{\pi}{\rho}$$

3.4 Diagram Alir

Berdasarkan seluruh prosedur tersebut, maka diagram alir penelitian ini dapat ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Diagram alir penelitian

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 batu apung menggunakan metode sol-gel.
2. Hasil karakterisasi XRF diperoleh komposisi katalis yang diinginkan, yakni didominasi oleh oksida logam CaO dan SiO_2 berturut-turut adalah 11,468% dan 82,507%. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan morfologi permukaan katalis CaO/SiO_2 yang tidak merata dan memiliki struktur gumpalan (*cluster*) pada kristalnya. Hasil karakterisasi BET diperoleh katalis CaO/SiO_2 dengan luas permukaan spesifik sebesar $14,9617 \text{ m}^2/\text{g}$, total volume pori sebesar $0,0163 \text{ cc/g}$, dan rata-rata jari-jari pori sebesar $9,4463 \text{ nm}$. Hasil karakterisasi PSA menunjukkan ukuran partikel katalis CaO/SiO_2 yang dimiliki memiliki rata-rata sebesar $49,65 \text{ }\mu\text{m}$.
3. Hasil uji aktivitas katalitik CaO/SiO_2 1:5 dengan suhu kalsinasi $800 \text{ }^\circ\text{C}$ diperoleh kondisi optimum untuk nisbah metanol terhadap minyak pada reaksi transesterifikasi yaitu 8:1, jumlah katalis 10% dari berat minyak, waktu reaksi 30 menit dengan jumlah minyak yang terkonversi sebesar 75%.
4. Hasil analisis biodiesel menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa asam lemak yang terkandung dalam biodiesel yaitu metil laurat sebesar 55,47% dan metil miristat sebesar 16,74%. Data ini sesuai dengan metil ester yang terkandung pada biodiesel minyak kelapa.

5.2 Saran

Untuk memperbaiki dan mengembangkan penelitian selanjutnya, maka disarankan untuk melakukan preparasi silika batu apung yang lebih efektif, seperti penggunaan alat bantu penggiling atau *ball mill* serta mempelajari uji kinerja katalis CaO berpenyangga silika batu apung terhadap reaksi transesterifikasi dengan bahan baku minyak nabati selain minyak kelapa.

DAFTAR PUSTAKA

- Atadashi, I. M., Aroua, M. K., Aziz, A. R., and Sulaiman, N. M. N. 2013. The Effects of Catalysts in Biodiesel Production: a review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 19(1): 14–26.
- Badan Standardisasi Nasional. 2006. *SNI 04-7182-2006 Baku Mutu Biodiesel*. Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.
- Benvenuti, E. V., and Gushikem, Y. 1998. Comparative Study of Catalytic Oxidation of Ethanol to Acetaldehyde Using Fe(III) Dispersed on Sb₂O₅ Grafted on SiO₂ and on Untreated SiO₂ Surfaces. *Journal of the Brazilian Chemical Society*. 9(5): 469–472.
- Damin, S. H., Alam, N., and Sarro, D. 2017. The Characteristics of Virgin Coconut Oil (VCO) of Coconut Harvesting at Different Growing Altitude. *Journal of Agrotekbis*. 5(4): 431–440.
- Daulay, A., Andriyani, Marpongahtun, and Gea, S. 2022. Synthesis Si Nanoparticles From Rice Husk as Material Active Electrode on Secondary Cell Battery with X-Ray Diffraction Analysis. *South African Journal of Chemical Engineering*. 42(6): 32–41.
- Elfina, S., Pandiangan, K. D., Jamarun, N., Subriadi, F., and Hafnimardiyanti, H. 2024. Transesterification of Palm Oil Catalyzed by CaO/SiO₂ Prepared from Limestone and Rice Husk Silica. *Journal of Multidisciplinary Applied Natural Science*. 4(1): 49–57.
- Fadlly, T. A., Nila, I. R., and Sari, N. 2021. Transesterification of Palm Oil Using the TiO₂/Nano-Monmorillonite (Nano-Mmt) Composite Catalyst from Aceh Tamiang Bentonite in the Production of Biodiesel. *Jurnal Neutrino*. 13(1): 19–24.
- Fitria. 2013. Pengaruh Perbandingan Solar-Biodiesel (Minyak Jelantah) terhadap Emisi Gas Buang pada Motor Diesel. *Journal of Chemical Information and Modeling*. 53(9): 1689-1699.
- Foon, C. S., May, C. Y., Ngan, M. A., and Hock, C. C. 2004. Kinetics Study on Transesterification of Palm Oil. *Journal of Oil Palm Research*. 16(4): 19–29.

- Freedman, B., Butterfield, R. O., and Pryde, E. H. 1986. Transesterification Kinetics of Soybean Oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 63(10): 1375–1380.
- Gebremariam, S. N., and Marchetti, J. M. 2018. Biodiesel Production Through Sulfuric Acid Catalyzed Transesterification of Acidic Oil. *Journal of Energy Conversion and Management*. 174(1):639-648.
- Gerphen, G. V, and Knothe, G. 2005. *Basics of Transesterification Reaction. The Biodiesel Handbook*. AOCS Press. Illinois.
- Ghazali, S.S., Wong, L.K., Rohayu, J., Sureena, A., and Jun, H.S. 2019. Evaluation of La-Doped CaO Derived from Cockle Shells for Photodegradation of POME. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 14 (1). 205-218.
- Hidayanti, N., Nurcahyanti A., Rahmawati J., Suryanto dan Mahfud. 2015. Produksi Biodiesel dari Minyak Kelapa Dengan Katalis Basa Melalui Proses Transesterifikasi Menggunakan Gelombang Mikro (Microwave). *Jurnal Teknik Kimia*. 10 (1): 1-7.
- Juwono, H., Tri Sujadmiko, M. A., Fauziah, L., and Ayyun, I. Q. 2019. Catalytic Conversion From Plastic Waste by Silica-Alumina-Ceramic Catalyst to Produce an Alternative Fuel Hydrocarbon Fraction. *Jurnal Ilmu Dasar*. 20(2): 83-88.
- Kementrian Pertanian. 2022. *Outlook Komoditas Perkebunan Kelapa*. Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian. Jakarta.
- Khoiruummah, D., Sundari, N., Zamhari, M., dan Yuliati, S. 2020. Aplikasi Katalis Berbasis Karbon Aktif Dari Kayu Akasia (*Acacia mangium*) Diimpregnasi Basa Pada Sintesis Biodiesel. *Prosiding Seminar Mahasiswa Teknik Kimia*. 1(1).
- Kusworo, T. D., Yusufina, D., and Atyaforsa, A. 2013. Pengaruh Katalis Co dan Fe Terhadap Karakteristik Carbon Nanotubes dari Gas Asetilena dengan Menggunakan Proses Catalytic Chemical Vapour Deposition (CCVD). *Reaktor*. 14(3): 234-241.
- Lani, N.S., Ngadi, N., and Taib, M.R. 2019. Parametric Study on the Transesterification Reaction by Using CaO/Silica Catalyst. *Chem. Eng. Trans*. 56(2017): 601–606.
- Leung, D. Y. C., Wu, X., and Leung, M. K. H. 2010. A Review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification. *Applied Energy*. 87(4): 1083–1095.

- Liu, X., He, H., Wang, Y., Zhu, S., and Piao, X. 2008. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel using CaO as a Solid Base Catalyst. *Fuel*. 87(2): 216–221.
- Malek, M. N. F., Pushpraja, L., Hussin, N. M., and Embong, N. H. 2021. Exploration of Efficiency of Nano Calcium Oxide (CaO) as Catalyst for Enhancement of Biodiesel Production. *Journal of Microbiology Biotechnology and Food Science*. 10(1): 3935-3945.
- Mourhly, A., Khachani, M., Hamidi, A. E., Kacimi, M., Halim, M., and Arsalane, S. 2015. The Synthesis and Characterization of Low-Cost Mesoporous Silica SiO₂ from Local Pumice Rock. *Journal of Nanomaterials and Nanotechnology*. 5(35): 1-7.
- Mukminin, A., Megawati, E., Ariyani, D., Warsa, I. K., Monde, J., dan Sapril. 2023. Pengaruh Waktu Reaksi Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Bantuan Katalis Basa NaOH terhadap Sifat Fisika dan Kimia Produk Biodiesel. *Journal on Education*. 5(2): 5119-5127.
- Mulya, D. A. P., Zahrina, I., dan Helwani, Z. 2020. Esterifikasi Asam Lemak dengan Katalis Enzim Pada Sintesis Emulsifier. *Jurnal Online Mahasiswa Teknik*. 7(2): 1-5.
- Munasir, M., Triwikantoro, T., Zainuri, M., dan Darminto, D. 2012. Uji XRD dan XRF Pada Bahan Meneral (Batuan dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas (CaCO₃ dan SiO₂). *Jurnal Penelitian Fisika Dan Aplikasinya*. 2(1): 20-29.
- Nasikin, M., dan Susanto, B. H. 2010. *Katalis Heterogen*. UI Press. Jakarta.
- Nurhayati., Akbar, E., and Yaakob, Z. 2018. *The Effect of Reaction Temperature and Reaction Time on the Transesterification of Palm Olein using NaOH/ ZnO Heterogeneous Catalyst*. Riau University Repository. Pekanbaru.
- Ndak, Y. A., Sarifudin, K., dan Sudirman. 2019. Pengaruh Komposisi SiO₂ Pada Katalis CaO/SiO₂ Terhadap Karakter Morfologi Permukaan, Ukuran Partikel dan Rendamen Metil Ester Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak. *Jurnal Beta Kimia*. 1(2): 65–77.
- Okoronkwo, E. A., Imoisili, P. E., and Olisunle, S. O. O. 2013. Extraction and characterization of Amorphous Silica from Corn Cob Ash by Sol-Gel Method. *Chemistry and Material Research*. 3(4): 68–72.
- Palungkun, R. 2001. *Aneka Produk Olahan Kelapa*. Penebar Swadaya. Jakarta.

- 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., Satria, H., Sembiring, Z., Simanjuntak, W., Alista, D. I., Bramanthio, N., and Putra, R. N. 2024. High-Performance CaO/SiO₂ Composite Prepared from Limestone and Pumice Silica as Catalyst for Rubber Seed Oil Transesterification. *Rasayan Journal of Chemistry*. 17(1): 14-20.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Pratiwi, E., and Rilyanti, M. 2019. Characteristics and Catalytic Activity of Zeolite-A Synthesized from Rice Husk Silica and Aluminium Metal by Sol-Gel Method. *Journal of Physics: Conference Series*. 1338(1): 1-9.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Suka, I. G., and Sascori, S. 2010. Studi Pendahuluan Transesterifikasi Minyak Kelapa dengan Katalis Ti-Silika dan Ni-Silika sebagai Langkah Awal Pengembangan Teknologi Produksi Biodiesel dengan Katalis Hidrogen. *Prosiding Seminar Sains dan Teknologi III Universitas Lampung*. Fakultas MIPA. Universitas Lampung.
- Prasetyo, D. H. T., Ilminnafik, N., and Muhammad, A. 2022. The Effect of the Transesterification Process Using KOH Catalyst on the Characteristics of Biodiesel from Sterculia Foetida Seeds as an Alternative Fuel. *Jurnal Keteknik Pertanian*. 10(3): 253-267.
- Putra, M. D., Ristianingsih, Y., Jelita, R., Irawan, C., and Nata, I. F. 2017. Potential Waste from Palm Empty Fruit Bunches and Eggshells as a Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production. *RSC Advances*. 7(87): 55547–55554.
- Ramagani, A. R. 2023. Sintesis dan Karakterisasi Katalis CaO-SiO₂ Pasir Kuarsa untuk Produksi Biodiesel. *Journal of Material and Energy*. 1(1): 1–6.
- Roschat, W., Phewphong, S., Thangthong, A., Moonsin, P., Yoosuk, B., Kaewpuang, T., and Promarak, V. 2018. Catalytic performance enhancement of CaO by hydration-dehydration process for biodiesel production at room temperature. *Energy Conversion and Management*. 165: 1–7.
- Rusli, P. R. 2011. *Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida Fasa Anatase dengan Metode Sol Gel*. Universitas Negeri Medan. Medan.
- Sa'diyah, K., dan Juliastuti, S. 2015. Pengaruh Jumlah Katalis Zeolit Alam Pada Produk Proses Pirolisis Limbah Plastik Polipropilen (PP). *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 4(1): 14–20.

- Salamah, S. 2011. Pemanfaatan Limbah Industri Kapuk Untuk Pembuatan Bahan Bakar Alternatif Biodiesel dengan Proses Transesterifikasi. *Jurnal Penelitian dan Pengembangan Pemerintah Provinsi DIY*. 3(4): 75-83.
- Santha, A., Varghese, R., Joy Prabu, H., Johnson, I., Magimai Antoni Raj, D., and John Sundaram, S. 2021. Production of Sustainable Biofuel From Biogenic Waste Using CuO Nanoparticles as Heterogeneous Catalyst. *Materials Today: Proceedings*. 36: 447–452.
- Sasahan, I. F., Bialangi, N., dan Asui, R. A. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis CuO/ZnO/Al₂O₃ Secara Kopresipitasi*. Universitas Negeri Gorontalo. Gorontalo.
- Satterfield. 1980. *Heterogeneous Catalysis In Practice*. Mc Graw-Hill Book Company. New York.
- Sembiring, S., dan Manurung, P. 2009. Synthesis and Characterization of Cordierite Ceramic Based on The Rice Husk Silica. *Prosiding SN SMAP 09*. 417–423.
- Sepehr, M. N., Sivankar, V., Zarrabi, M., and Kumar, M. S. 2013. Surface Modification of Pumice Enhancing its Flouride Adsorption Capacity: An Insight into Kinetic and Thermodynamic Studies. *Chemical Engineering Journal*. 228: 192-204.
- Sharma, U., Muralidharan, N., Vijayalakshmi, S., and Ranjitha, J. 2020. Process Optimisation and Kinetics Study of Biodiesel Production from Dairy Waste Scum Using ZnO Heterogeneous Nanocatalyst. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 923(1): 1-9.
- Su, C. H. 2013. Recoverable and Reusable Hydrochloric Acid Used as a Homogeneous Catalyst for Biodiesel Production. *Journal Applied Energy*. 10(3): 503-509.
- Sudradjat, R., Sahirman, Setiawan, A., and Suryani, D. 2010. Transesterification Process in Biodiesel Manufacture Using Esterified Nyamplung Oil (*Calophyllum inophyllum* L.) as Raw Material. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 28(2): 184–198.
- Suka, I.G., Simanjuntak, W., Sembiring, S., dan Trisnawati, E. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *Jurnal MIPA*. 37(1): 47-52.
- Sulastris, S. 2011. Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan, dan Penerapan MIPA*. Fakultas MIPA. Universitas Negeri Yogyakarta.

- Sunarno. 2013. Pembuatan Zeolit Sintetis dan Aplikasinya Sebagai Katalis pada Cracking Cangkang Sawit Menjadi Bio-Oil. *Jurnal Ilmiah Sains Terapan*. 4(1): 35–39.
- Tadeus, A., Silalahi, I. H., Endah, S., dan Aladin, S. 2013. Karakterisasi Katalis Zeolit-Ni Regenerasi Dan Tanpa Regenerasi Dalam Reaksi Perengkahan Katalitik. *Jurnal Kimia dan Kemasan*. 2(1): 24–29.
- Trianasari., Manurung, P., dan Karo-Karo, P. 2017. Analisis dan Karakterisasi Kandungan Silika (SiO₂) sebagai Hasil Ekstraksi Batu Apung (*Pumice*). *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. 5(2): 179-186.
- Trisunaryanti, W., and Emmanuel, I. 2010. Preparation, Characterization, Activity, Deactivation, And Regeneration Tests of CoO-MoO/ZnO and CoO-MoO/ZnO-Activated Zeolite Catalysts for the Hydrogen Production From Fusel Oil. *Indonesian Journal of Chemistry*. 9(3): 361–367.
- Trisunaryanti, W., Triyono, dan Taufiyanti, F. 2002. Deaktivasi dan Regenerasi Katalis Cr/Zeolit Alam Aktif untuk Proses Konversi Metil Isobutil Keton. *Gamma Sains*. 4(2): 142–147.
- Widiarti, N., dan Rahayu, E.F. 2016. Sintesis CaO.SrO dan Aplikasinya Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Indonesia Journal Chemical Science*. 5(1): 19-27.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses 2010*. 201–208.
- Wijayati, N., Rohmah, S. A., dan Supartono, S. 2016. Sintesis Ester-C Sebagai Senyawa Antioksidan Menggunakan Biokatalis Enzim Lipase/Zeolit Alam. *Jurnal Kimia Riset*. 1(1): 7-13.
- Ye, L., Ma, G., Zheng, S., Huang, X., Zhao, L., Luo, H., and Liao, W. 2019. Facile Fabrication of Fluorine–Silicon-Containing Poly (Styrene–Acrylate)/SiO₂ Hydrophobic Composites by Combining Physically Mixing and Sol–Gel Process. *Journal of Coatings Technology and Research*. 16(5): 1243-1252.
- Zawrah, M. F., El-Kheshen, A. A., and Abd-el-aal, H. M. 2009. Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles. *Journal of Ovonic Research*. 5(5): 129–133.