

**KAJIAN STRUKTUR KRISTAL DAN KOMPOSISI UNSUR KATALIS
CAO/SIO₂ BERDASARKAN VARIASI MASSA CACO₃ PADA PROSES
SINTESIS KATALIS DAN UJI AKTIVITAS PADA REAKSI
TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI JARAK KEPYAR**

Maria V. K. Lamaole¹; Kasimir Sarifudin²; Dewi Lestarani³

*Program Studi Pendidikan Kimia, FKIP-Universitas Nusa Cendana Jl. Adisucipto Penfui,
Kupang-NTT 85001 Indonesia*

Email korespondensi: vianeylamaole@gmail.com

ABSTRAK

Artikel ini membahas tentang kajian struktur kristal dan komposisi unsur katalis CaO/SiO₂ pada proses sintesis katalis dan uji aktivitas pada reaksi transesterifikasi minyak biji jarak kepyar. SiO₂ disintesis dari zeolit alam Ende Flores diperoleh dengan metode hidrotermal sementara CaO disintesis dari endapan air sadah dengan metode kalsinasi. Sintesis katalis CaO/SiO₂ menggunakan metode impregnasi dengan variasi massa CaCO₃ 35,90; 27,19; 19,35; 12,28; 5,85 dan 0%. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan fasa portlandite, quartz dan halite. Selanjutnya, penentuan komposisi oksida menggunakan XRF kandungan unsur tertinggi ialah unsur Ca dan Si dalam bentuk oksidanya CaO dan SiO₂. Pengujian aktivitas katalis melalui reaksi transesterifikasi pada minyak biji jarak kepyar menggunakan rasio mol minyak metanol 1:12, jumlah katalis 7%, suhu reaksi 650C dan waktu reaksi 4 jam. %Yield metil ester tertinggi terdapat pada komposisi CaO/SiO₂ 50% sebesar 91,22%. Berdasarkan hasil uji GC-MS ditemukan adanya senyawa metil stearat, metil linoleat, metil oleat, metil palmitat dan metil risinoleat yang terkandung di dalam metil ester.

Kata kunci: CaCO₃ , CaO/SiO₂ , Struktur Kristal, Yield Metil Ester.

ABSTRACT

This article discusses the study of the crystal structure and elemental composition of the CaO/SiO₂ catalyst in the process of catalyst synthesis and activity testing in the transesterification reaction of castor oil seeds. SiO₂ was synthesized from Ende Flores natural zeolite obtained by hydrothermal method while CaO was synthesized from hard water deposits by calcination method. The CaO/SiO₂ catalyst synthesis used the impregnation method with a mass variation of CaCO₃ 35.90; 27.19; 19.35; 12.28; 5.85 and 0%. The results of the characterization using XRD showed the portlandite, quartz and halite phases. Furthermore, the determination of the composition of the oxide using XRF with the highest elemental content was the elements Ca and Si in their oxide forms CaO and SiO₂. Testing the activity of the catalyst through the transesterification reaction on jatropha seed oil using a mole ratio of methanol oil 1:12, the amount of catalyst 7%, reaction temperature 650C and reaction time 4 hours. The highest % yield of methyl ester was found in the 50% CaO/SiO₂ composition of 91.22%. Based on the results of the GC-MS test, it was found that there were compounds of methyl stearate, methyl linoleate, methyl oleate, methyl palmitate and methyl ricinoleate contained in the methyl ester.

Keyword: CaCO₃ , CaO/SiO₂ , Crystal Structure, Methyl Ester Yield.

PENDAHULUAN

Kebutuhan akan energi utama bahan bakar minyak (BBM) terus meningkat sedangkan cadangan minyak bumi semakin menipis. Melihat kondisi tersebut pemerintah telah memberikan perhatian serius untuk pengembangan bahan bakar nabati (disebut sebagai biofuel, yang terdiri dari biodiesel, bioetanol dan pure plant oil) dengan menerbitkan Instruksi Presiden nomor 1 tahun 2006 tanggal 26 Januari 2016 tentang penyediaan dan pemanfaatan bahan bakar nabati sebagai bahan bakar alternatif. Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif yang menjanjikan, bersifat ramah lingkungan, tidak mempunyai efek terhadap kesehatan dan dapat dipakai sebagai bahan bakar kendaraan bermotor yang dapat menurunkan emisi bila dibandingkan dengan bahan bakar lainnya. Biodiesel dapat diproduksi dari bahan alam seperti minyak nabati [1]. Minyak jarak merupakan golongan minyak nabati yang diperoleh dari biji tanaman jarak. Minyak ini memiliki kandungan asam lemak esensial yang sangat rendah sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak makanan dan bahan pangan, serta memiliki sifat sangat beracun [2].

Untuk mendapatkan biodiesel, minyak dikonversi menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis. Katalis menyediakan jalur alternatif dengan energi aktivasi rendah sehingga reaksi berlangsung lebih cepat.

Kalsium oksida (CaO) merupakan salah satu jenis katalis basa heterogen yang dapat diperoleh melalui proses kalsinasi CaCO_3 [3]. Katalis heterogen terdiri dari dua komponen utama yakni situs aktif dan penyangga. Jumlah komponen maupun variasi komposisinya dapat memberikan pengaruh pada karakter katalis yang meliputi struktur kristal katalis dan aktivitas katalis itu sendiri. Variasi komponen katalis juga menghasilkan padatan katalis dengan fasa kristal yang berbeda dengan pola difraktogram tertentu. Penelitian yang dilakukan oleh Bili (2021) tentang sintesis katalis CaO/SiO_2 dengan variasi komposisi SiO_2 berturut-turut 10, 20, 30, 40, dan 50%, menunjukkan perbedaan fasa kristal dari setiap perbedaan komposisinya. Pada komposisi 10 dan 20% terbentuk 2 fasa kristal yaitu portlandite dan larnite, sedangkan pada komposisi 30, 40 dan 50% terbentuk 3 fasa kristal yaitu larnite, wollastonite dan portlandite. Rata-rata intensitas puncak yang dihasilkan semakin meningkat seiring meningkatnya komposisi SiO_2 . Mali (2019) melakukan sintesis katalis CaO/ZAA , dengan variasi komposisi CaO yang diimbangkan pada ZAA 10, 20, 30, 40, dan 50%. Hasil analisis XRD pada katalis yang dihasilkan tersebut menunjukkan bahwa pada komposisi 10 dan 20% CaO, terbentuk fasa kristal berupa microline dan quartz, sedangkan pada komposisi 30% CaO terbentuk kristal berfasa microline, quartz dan portlandite. Terlihat bahwa variasi komposisi komponen katalis memiliki pengaruh pada karakter katalisnya.

Variasi komposisi komponen katalis juga sangat berpengaruh terhadap aktivitas katalis. Oko dan Feri (2019) melakukan penelitian tentang sintesis pengembangan katalis CaO dari cangkang telur ayam dengan impregnasi KOH dan aplikasinya terhadap pembuatan biodiesel dari minyak jarak. Kandungan CaCO_3 yang tinggi pada cangkang telur ayam sehingga dapat dijadikan katalis heterogen melalui proses kalsinasi dengan variasi komposisi 8, 9, 10, 11, 12, dan 13% CaO/KOH yang selanjutnya diaplikasikan pada pembuatan biodiesel dari minyak jarak. Yield biodiesel tertinggi didapatkan pada penambahan katalis 13% yakni 96,0739%. Ndak et al., (2021) melakukan penelitian tentang pengaruh komposisi SiO_2 pada katalis CaO/SiO_2 terhadap karakter morfologi permukaan, ukuran partikel dan rendemen metil ester pada reaksi transesterifikasi minyak jarak. Variasi komposisi SiO_2 berturut-turut 10, 20, 30, 40, dan 50% menghasilkan biodiesel dengan yield tertinggi 92,78% diperoleh pada penambahan SiO_2 30%.

Melihat bagaimana pengaruh massa katalis terhadap yield metil ester reaksi transesterifikasi maka perlu dilakukan penelitian tentang Kajian Struktur Kristal dan Komposisi Unsur Katalis CaO/SiO_2 Berdasarkan Variasi Massa CaCO_3 pada Proses Sintesis Katalis dan Uji Aktivitas Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, termometer, pengayak 200 mesh, lumpang porselin dan penggerus, oven (fisher scientific), wadah stainless steel, desikator, labu refluks, furnace kolom (Kasimir furnace), magnetic stirrer, kertas saring, timbangan digital (denver), pompa air, reaktor kalsinasi dan reduksi, neraca analitik, corong buchner, stopwatch, pressure cooking, wise stirrer, hot plate, aluminium foil, seperangkat alat titrasi, x-ray diffraction

(XRD) dan x-ray fluorescence (XRF). Adapun bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu zeolit alam Ende Flores-NTT, endapan air sadah, minyak biji jarak kepyar, pelarut metanol, asam asetat 96%, aquades, vaseline, HCl 37%, NaOH pellet, AgNO₃, air bebas ion (deionized water), minyak goreng, dan es batu.

Sintesis Silika

Sebanyak 200 gram ZAA direfluks dengan NaOH 750 mL 8 M selama 24 jam, kemudian disaring dan diperoleh natrium silikat. Filtrat tersebut kemudian dititrasi menggunakan larutan HCl 2 M sampai pH 7 sambil terus diaduk dengan magnetic stirrer hingga terbentuk endapan berwarna putih. Gel yang berwarna putih yang terbentuk kemudian didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam, setelah itu disaring dan dicuci dengan air bebas ion untuk menghilangkan garam klorida. Residu padat yang diperoleh dikeringkan pada suhu 80°C selama 24 jam. Untuk memurnikan silika dari mineral lain seperti Al, Ca, Fe, dan Mg, padatan hasil pengeringan tadi direfluks dengan 750 mL larutan HCl 1 M pada suhu 100°C selama 3 jam. Setelah dingin suspensi disaring dan dicuci dengan air bebas ion sampai pH 7 dan bebas ion Cl⁻ yang diuji dengan larutan AgNO₃ 0,1 N. Endapan yang sudah netral dimasukkan ke dalam gelas beaker (vol. 1L), kemudian ditambahkan air bebas ion sampai volumenya 1 L, dan dilanjutkan dengan proses ultrasonikasi selama 4 jam sambil dilakukan pengadukan selama 5 menit (menggunakan pengaduk kaca) dalam selang waktu 30 menit, kemudian didiamkan selama 24 jam dan dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas Whatman 42. Padatan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 110°C selama 12 jam. Serbuk silika tersebut kemudian dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam lalu ditimbang dan digerus untuk memperoleh serbuk silika yang sudah bersih. Silika ini siap digunakan sebagai pengemban katalis CaO.

Sintesis CaO/SiO₂

Sebanyak 64 mL asam asetat 96% dimasukkan ke dalam gelas kimia 1 L, kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer lalu ditambahkan CaCO₃ sebanyak 26,78 gram, diaduk selama 2 jam sampai semua larut sempurna. Ditambahkan 186 mL air bebas ion, diaduk selama 1 jam. Ditambahkan 15 gram SiO₂, diaduk selama 3 jam. Didiamkan selama 24 jam, diaduk menggunakan pengaduk kaca selama 30 menit kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 120°C selama 6 jam. Digerus dan serbuk yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam lalu ditimbang. Katalis yang dihasilkan yaitu 35,90% CaCO₃ pada CaO/SiO₂ 50%. Katalis yang diperoleh siap digunakan pada proses transesterifikasi minyak jarak. Prosedur yang sama dilakukan untuk variasi massa 27,17%, 19,35%, 12,28%, 5,85% dan 0%-b/b CaO.

Tahap Transesterifikasi

Proses transesterifikasi minyak jarak kepyar dilangsungkan dalam reaktor berukuran 200 mL. reaktor dilengkapi dengan kondensor, thermometer, magnetic stirrer, dan sebuah oil bath. Minyak ditimbang sebanyak 50 gram dan metanol dengan rasio 1:12 (minyak:metanol, rasio mol) katalis sebanyak 7% dari berat minyak ditambahkan kedalam reaktor, selanjutnya dipanaskan pada suhu konstan 65°C. Transesterifikasi berlangsung selama 4 jam sambil diaduk terus menerus. Setelah 4 jam reaksi, campuran disentrifugasi selama 30 menit. Kemudian campuran dimasukan kedalam corong pisah dan diendapkan selama 24 jam untuk dipisahkan antar gliserol dan metil ester. Setelah 24 jam terbentuk 2 lapisan, yaitu bagian atas adalah metil ester (biodiesel) dan bagian bawah corong pisah adalah gliserol. Rendemen merupakan perbandingan berat biodiesel dengan berat minyak awal. Untuk menghitung rendemen yang diperoleh digunakan persamaan:

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat Minyak Hasil}}{\text{Berat Biji Jarak Pagar}} \times 100\%$$

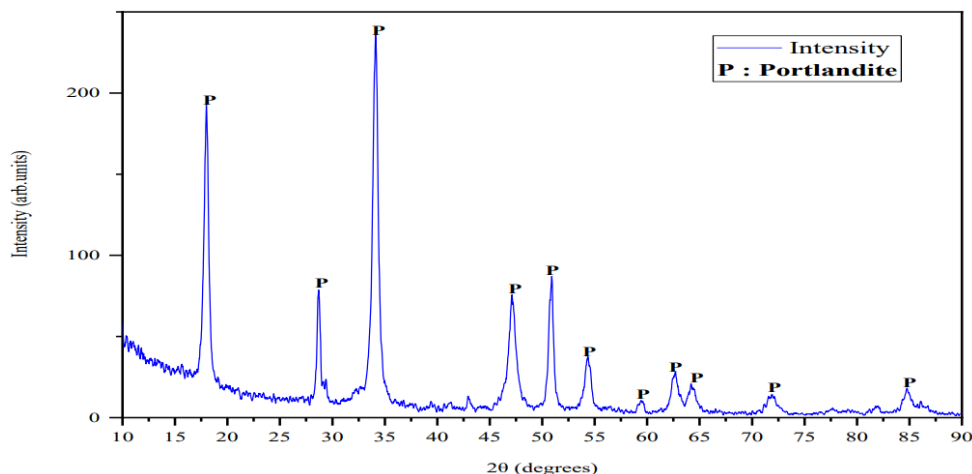
HASIL

A. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

1. CaO/SiO₂ 0%

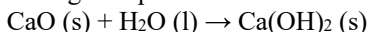
Difaktogram hasil analisa XRD katalis CaO/SiO₂ 0% disajikan pada gambar 1. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa mineral yang terdapat dalam sampel CaO berupa fasa mineral *portlandite*. Fasa *portlandite* dengan nama ICSD kalsium hidroksida, rumus kimia Ca(OH)₂ muncul

pada puncak 2θ : 17,9796; 28,6692; 34,0681; 47,0970; dan 50,8149 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (001), (100), (101), (102) dan (110). Berdasarkan hasil analisis menggunakan *software match 3*, fasa *portlandite* memiliki sistem kristal hexagonal dengan karakteristik unit sel $a=b$ yaitu 3,58900 Å dan $c = 4,91100$ Å dengan $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$ serta memiliki densitas 2,24000 g/cm³.



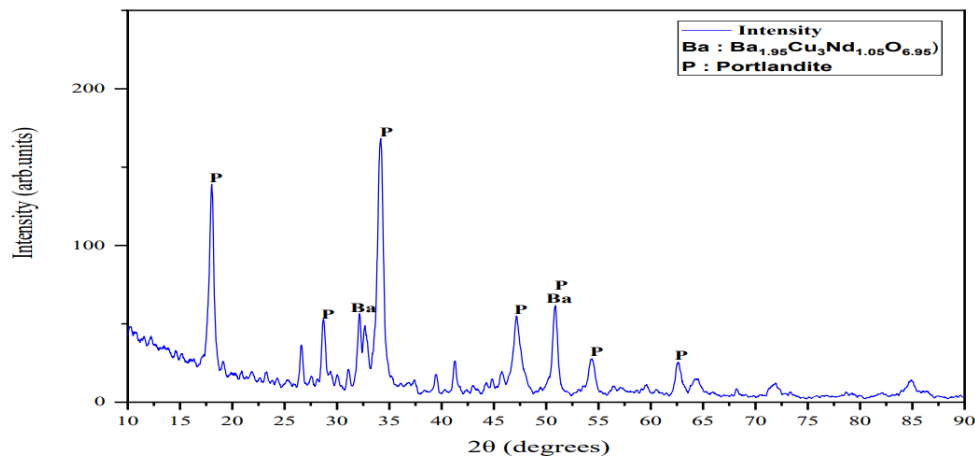
Gambar 1. Difaktogram Katalis CaO/SiO₂ 0%

Berdasarkan hasil analisa pada sampel tidak menunjukkan adanya intensitas puncak dari CaO. Dari spektrum dan data yang telah diuraikan dapat diketahui bahwa pada kalsinasi suhu 1000°C sampel CaCO₃ mengalami dekomposisi menjadi Ca(OH)₂ dalam fasa *portlandite*. Ca(OH)₂ dalam fasa *portlandite* terbentuk karena terjadinya proses hidrasi dimana CaO yang dihasilkan mengalami kontak dengan uap air dari udara bebas, berdasarkan persamaan reaksi berikut (Ismail, 2017):



Reaksi 1

2. CaO/SiO₂ 10%



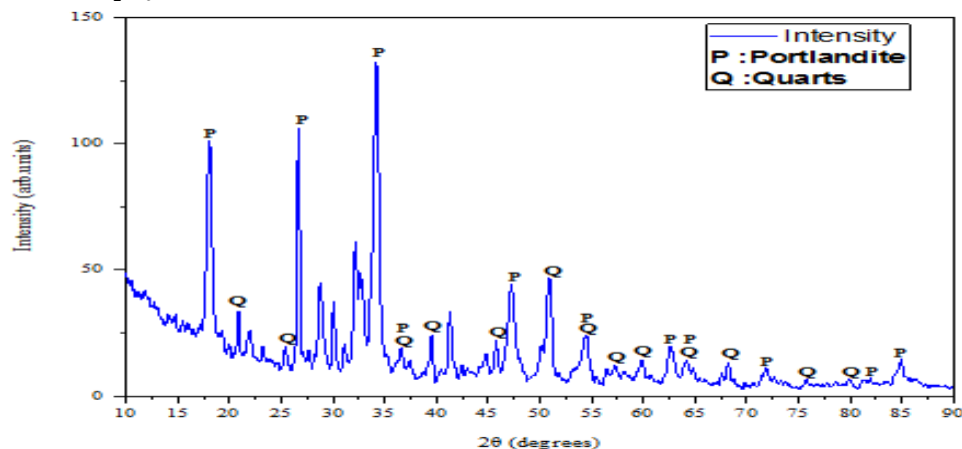
Gambar 2. Difaktogram komposisi CaO/SiO₂ 10%

Berdasarkan hasil analisis XRD, mineral yang terdapat dalam sampel katalis CaO/SiO₂ 10% yaitu Ba_{1.95}Cu₃Nd_{1.05}O_{6.95} (4,7%) dan *portlandite* (95,3%).

Fasa dalam *software match 3* adalah Nd(Ba_{1.95}Nd_{0.05})Cu₃O_{6.95} dengan rumus kimia Ba_{1.95}Cu₃Nd_{1.05}O_{6.95} muncul pada sudut 2θ [°] : 32,15 dan 50,85 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (103) dan (115). Fasa Ba_{1.95}Cu₃Nd_{1.05}O_{6.95} memiliki sistem kristal orthorombic dengan karakteristik unit sel $a \neq b \neq c$ yaitu 3,90180 Å, 3,90210 Å dan 11,70790 Å dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ serta memiliki densitas 6,71700 g/cm³. Sedangkan *portlandite* dengan rumus kimia Ca(OH)₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 18,03, 28,71, 34,17, 47,17, 50,85, 54,35 dan 62,61 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (001), (100), (101), (102), (110), (111) dan (201). Fasa *portlandit*

memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 3,59247 Å dan 4,90820 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,24200 g/cm³.

3. CaO/SiO₂ 20%

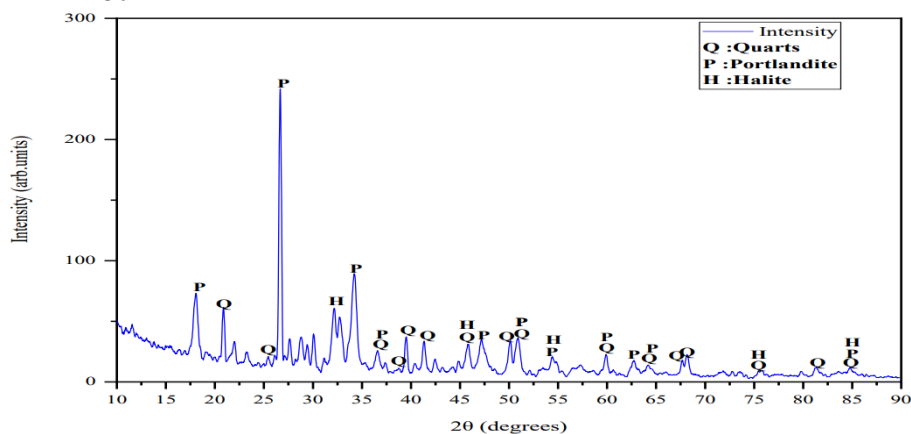


Gambar 3. Difaktogram komposisi CaO/SiO₂ 20%

Berdasarkan hasil analisis XRD, mineral yang terdapat dalam sampel katalis CaO/SiO₂ 20% yaitu *portlandite* (72,3%) dan *quartz* (27,7%).

Fasa dalam *software match 3* adalah *portlandite* dengan rumus kimia Ca(OH)₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 18,05; 28,77; 34,; 36,57; 47,23; 50,91; 54,47; 62,57; 64,17; 71,85; 81,95 dan 84,91 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (001), (100), (101), (002), (102), (110), (111), (201), (112), (202), (210) dan (211). Fasa *portlandite* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 3,5956 Å dan 4,9280 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,229 g/cm³. Sedangkan *quartz* dengan rumus kimia SiO₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 21,89; 26,67; 36,57; 39,53; 45,75; 50,17; 54,47; 57,23; 59,91; 64,17; 67,59; 68,19; 75,75; 79,93 dan 84,91 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (100), (101), (110), (102), (201), (112), (202), (210), (211), (113), (212), (301), (302), (221) dan (204). Fasa *quartz* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 4,9384 Å dan 5,4213 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,914 g/cm³.

4. CaO/SiO₂ 30%



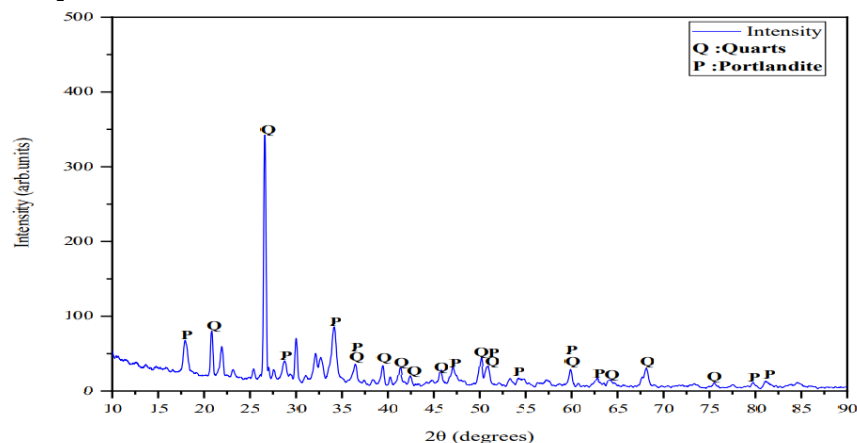
Gambar 4. Difaktogram komposisi CaO/SiO₂ 30%

Berdasarkan hasil analisis XRD, mineral yang terdapat dalam sampel katalis CaO/SiO₂ 30% yaitu *quartz* (76,0%), *portlandite* (18,0%) dan *halite* (6,0%).

Fasa dalam *software match 3* adalah *quartz* dengan rumus kimia SiO₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 20,87; 36,57; 42,47; 54,89; 67,65; 75,81 dan 84,77 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (100), (110), (200), (103), (212), (302) dan (204). Fasa *quartz* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 4,9297 Å dan 5,4151 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,245 g/cm³. Sedangkan *portlandite* dengan rumus kimia Ca(OH)₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 17,97; 18,15; 28,81; 34,21; 47,17; 54,35; 62,71 dan

84,77 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (001), (001), (100), (101), (102), (111), (201) dan (211). Fasa portlandite memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 3,5890 Å dan 4,9110 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,245 g/cm³ dan halite dengan rumus kimia NaCl muncul pada sudut 2θ [°] : 27,65; 32,13; 45,77; 54,35; 75,81 dan 84,77 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (100), (101), (102), (111), (004) dan (211). Fasa halite memiliki sistem kristal kubik dengan karakteristik unit sel $a=b=c$ yaitu 5,6162 Å dengan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ serta memiliki densitas 2,191 g/cm³.

5. CaO/SiO₂ 40%

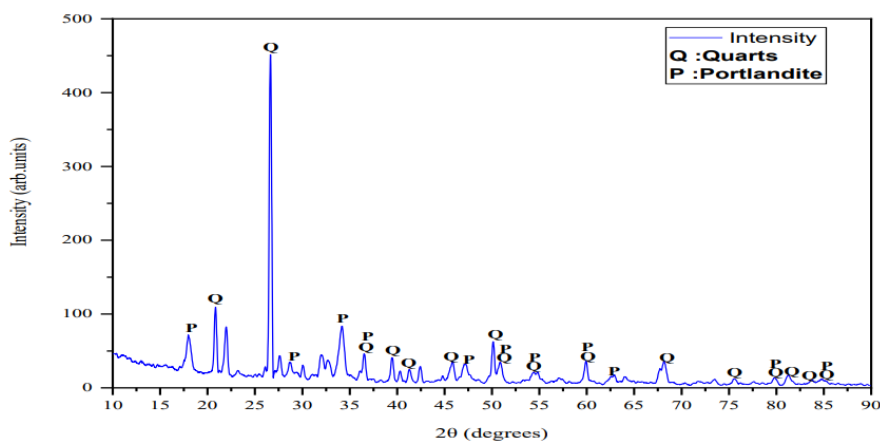


Gambar 5. Difaktogram komposisi CaO/SiO₂ 40%

Berdasarkan hasil analisis XRD, mineral yang terdapat dalam sampel katalis CaO/SiO₂ 40% yaitu *quartz* (87,5%) dan *portlandite* (12,5%).

Fasa dalam *software match 3* adalah *quartz* dengan rumus kimia SiO₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 20,83; 39,45; 42,39; 50,85; 68,15; 75,59 dan 81,07 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (100), (102), (200), (003), (301), (302) dan (310). Fasa *quartz* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 4,9384 Å dan 5,4213 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,614 g/cm³. Sedangkan portlandite dengan rumus kimia Ca(OH)₂ muncul pada sudut 2θ [°] : 18,05; 28,77; 36,49; 47,09; 54,29; 62,73 dan 79,71 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (001), (100), (002), (102), (111), (201) dan (113). Fasa *portlandite* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 3,5844 Å dan 4,8962 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,258 g/cm³.

6. CaO/SiO₂ 50%



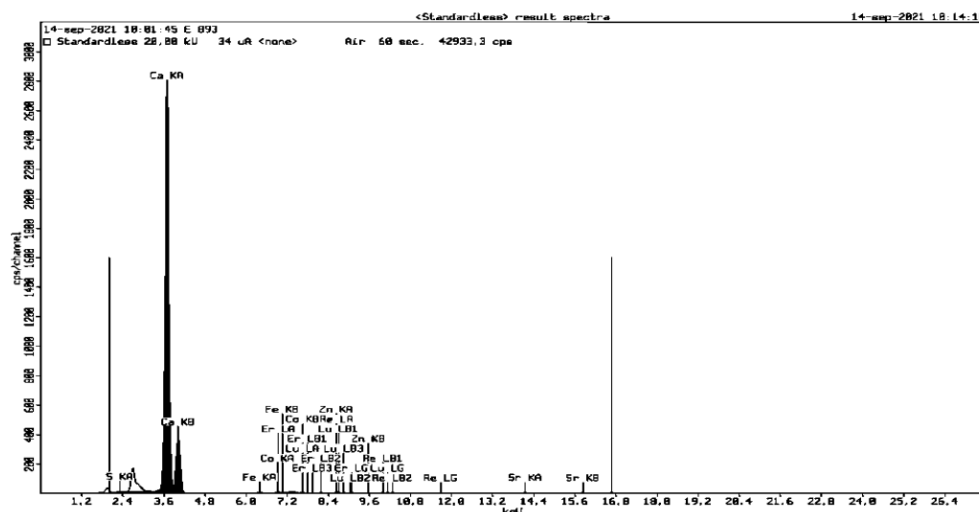
Gambar 6. Difaktogram komposisi CaO/SiO₂ 50%

Berdasarkan hasil analisis XRD, mineral yang terdapat dalam sampel katalis CaO/SiO₂ 50% yaitu *quartz* (89,6%) dan *portlandite* (10,4%).

Fasa dalam *software match 3* adalah *quartz* dengan rumus kimia SiO_2 muncul pada sudut 2θ [$^\circ$] : 20,85; 39,47; 42,43; 54,85; 66,11; 79,77 dan 84,79 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (100), (102), (200), (202), (301), (221) dan (204). Fasa *quartz* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 4,9297 Å dan 5,4151 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,626 g/cm³. Sedangkan *portlandite* dengan rumus kimia Ca(OH)_2 muncul pada sudut 2θ [$^\circ$] : 17,95; 28,71; 34,17; 47,19; 54,85; 62,93; 79,77 dan 84,79 dengan orientasi bidang kristal secara berturut-turut (001), (100), (101), (102), (111), (201), (113) dan (211). Fasa *portlandite* memiliki sistem kristal trigonal (hexagonal axes) dengan karakteristik unit sel $a=b \neq c$ yaitu 3,5844 Å dan 4,8962 Å dengan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma=120^\circ$ serta memiliki densitas 2,258 g/cm³.

B. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRF

Karakterisasi menggunakan X-Ray Fluorescence bertujuan untuk mengetahui komposisi oksida dan unsur-unsur yang terkandung dalam katalis berdasarkan variasi massa CaCO_3 . Berikut adalah spektra hasil analisis XRF pada sampel katalis CaO/SiO_2 0%.



Gambar 7. Spektra XRF Katalis CaO/SiO_2 0%

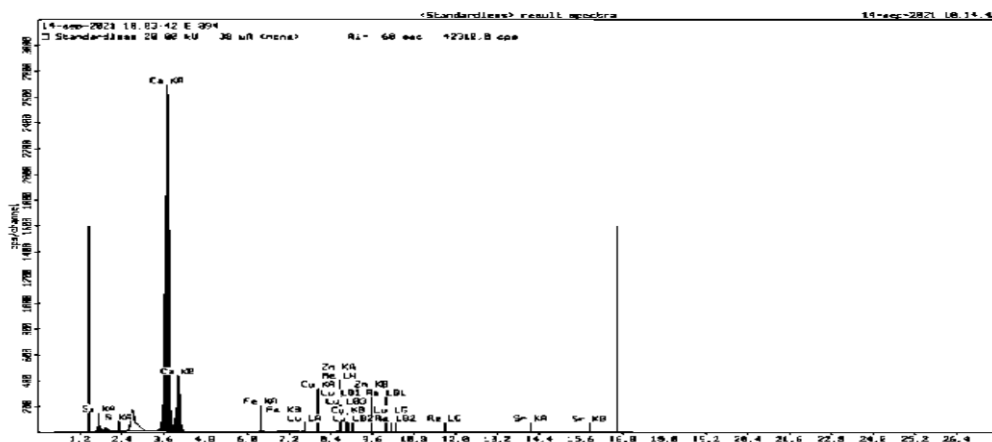
Berdasarkan hasil analisis XRF tersebut pada CaO/SiO_2 0% mengandung 9 jenis unsur yaitu S, Ca, Fe, Co, Zn, Sr, Er, Lu dan Re dengan intensitas, energy dan karakteristik sinar-X yang berbeda-beda. Jika ditinjau dari besarnya intensitas yang dihasilkan maka kandungan unsur tertinggi adalah Ca. Hal ini didukung oleh data kuantitatif berupa kandungan komposisi unsur serta senyawa oksida pada sampel yang tertera pada tabel 1.

Tabel 1. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam Katalis CaO/SiO_2 0%

Komposisi Unsur	Komposisi Senyawa	% Unsur	% Senyawa
S	SO_3	0.069	0.14
Ca	CaO	98.89	99.02
Fe	Fe_2O_3	0.15	0.14
Co	Co_3O_4	0.075	0.067
Zn	ZnO	0.05	0.04
Sr	SrO	0.39	0.3
Er	Er_2O_3	0.2	0.1
Lu	Lu_2O_3	0.18	0.13
Re	Re_2O_7	0.04	0.03

Berdasarkan 1 tampak bahwa terdapat unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar dalam sampel yaitu Ca dengan presentase unsur 98,89% sedangkan kandungan unsur-unsur lainnya masih tergolong rendah karena kurang dari 1%. Jika dalam bentuk senyawa oksida maka komposisi

senyawa oksida tertinggi adalah CaO dengan presentase 99,02% sedangkan komposisi senyawa oksida lainnya memiliki presentase kurang dari 1%.



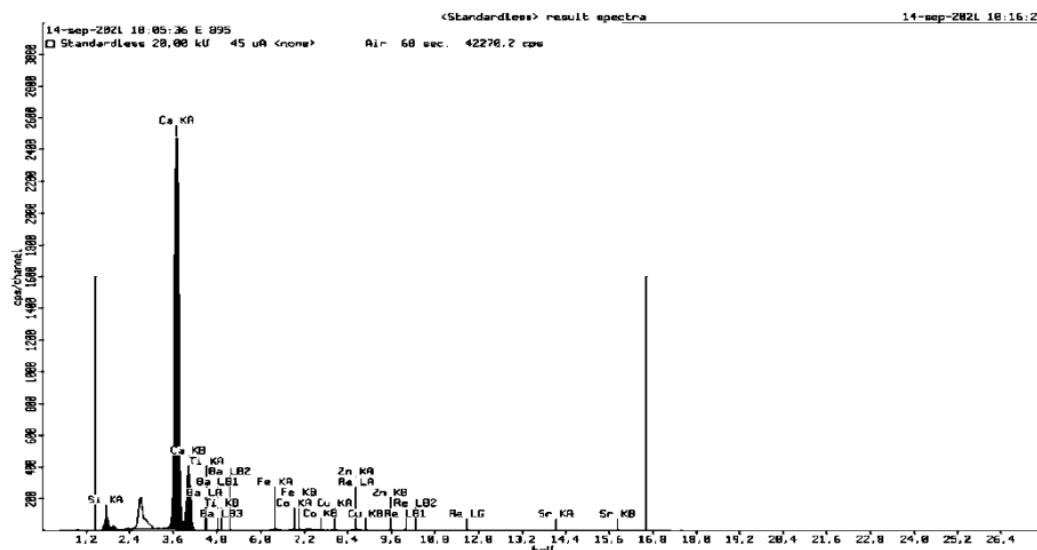
Gambar 8. Spektra XRF Katalis CaO/SiO₂ 10%

Berdasarkan hasil analisis XRF pada katalis CaO/SiO₂ 10% mengandung 9 jenis unsur yaitu Si, S, Ca, Fe, Cu, Zn, Sr, Lu dan Re dengan intensitas, energy dan karakteristik sinar-X yang berbeda-beda. Jika ditinjau dari besarnya intensitas yang dihasilkan maka kandungan unsur tertinggi adalah Ca dan Si. Hal ini didukung oleh data kuantitatif berupa kandungan komposisi unsur serta senyawa oksida pada sampel seperti tertera pada tabel 2.

Tabel 2. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam Katalis CaO/SiO₂ 10%

Komposisi Unsur	Komposisi Senyawa	% Unsur	% Senyawa
Si	SiO ₂	6.6	11.7
S	SO ₃	0.092	0.18
Ca	CaO	92.48	87.53
Fe	Fe ₂ O ₃	0.17	0.15
Cu	CuO	0.036	0.027
Zn	ZnO	0.06	0.045
Sr	SrO	0.37	0.26
Lu	Lu ₂ O ₃	0.17	0.12
Re	Re ₂ O ₇	0.02	0.02

Berdasarkan tabel 2 tampak bahwa terdapat unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar didalam sampel yaitu Ca dan Si dengan presentase unsur masing-masing 92,48% dan 6,6% sedangkan kandungan unsur-unsur lainnya masih tergolong rendah karena kurang dari 1%. Jika dalam bentuk senyawa oksida maka komposisi senyawa oksida tertinggi adalah CaO dengan presentase 87,53% dan diikuti oleh senyawa SiO₂ dengan presentase 117% sedangkan komposisi senyawa oksida lainnya memiliki presentase kurang dari 1%.



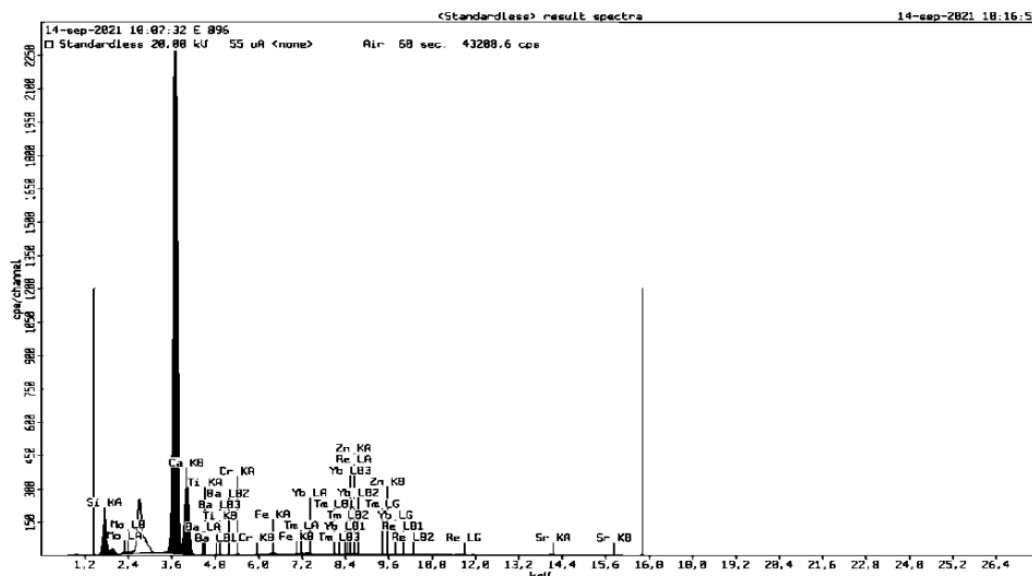
Gambar 9. Spektra Hasil Analisis XRF Katalis CaO/SiO₂ 20%

Berdasarkan hasil analisis XRF pada katalis CaO/SiO₂ 20% mengandung 10 jenis unsur yaitu Si, Ca, Ti, Fe, Co, Cu, Zn, Sr, Ba dan Re dengan intensitas, energy dan karakteristik sinar-X yang berbeda-beda. Jika ditinjau dari besarnya intensitas yang dihasilkan maka kandungan unsur tertinggi adalah Ca dan Si. Hal ini didukung oleh data kuantitatif berupa kandungan komposisi unsur serta senyawa oksida pada sampel seperti tertera pada tabel 3.

Tabel 3. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam Katalis CaO/SiO₂ 20%

Komposisi Unsur	Komposisi Senyawa	% Unsur	% Senyawa
Si	SiO ₂	12.1	20.8
Ca	CaO	86.83	78.44
Ti	TiO ₂	0.02	0.02
Fe	Fe ₂ O ₃	0.17	0.14
Co	Co ₃ O ₄	0.083	0.069
Cu	CuO	0.045	0.032
Zn	ZnO	0.089	0.064
Sr	SrO	0.36	0.24
Ba	BaO	0.2	0.1
Re	Re ₂ O ₇	0.05	0.04

Berdasarkan tabel 3 tampak bahwa terdapat unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar didalam sampel yaitu Ca dan Si dengan presentase unsur masing-masing 86,83% dan 12,1% sedangkan kandungan unsur-unsur lainnya masih tergolong rendah karena kurang dari 1%. Jika dalam bentuk senyawa oksida maka komposisi senyawa oksida tertinggi adalah CaO dengan presentase 78,44% dan diikuti oleh senyawa SiO₂ dengan presentase 20,8% sedangkan komposisi senyawa oksida lainnya memiliki presentase kurang dari 1%.



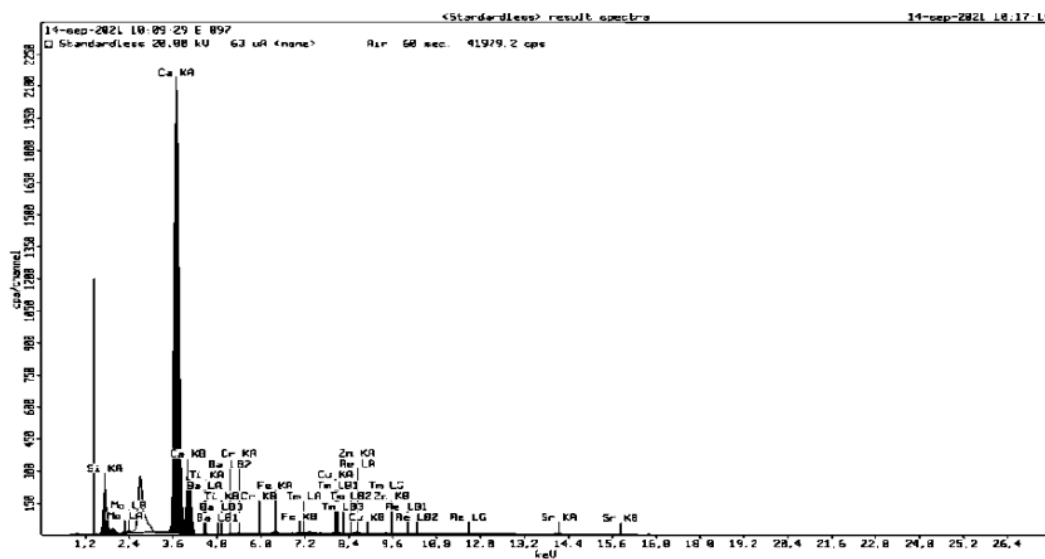
Gambar 10. Spektra Hasil Analisis XRF Katalis CaO/SiO₂ 30%

Berdasarkan hasil analisis XRF pada katalis CaO/SiO₂ 30% mengandung 12 jenis unsur yaitu Si, Ca, Ti, Cr, Fe, Zn, Sr, Mo, Tm, Yb dan Re dengan intensitas, energy dan karakteristik sinar-X yang berbeda-beda. Jika ditinjau dari besarnya intensitas yang dihasilkan maka kandungan unsur tertinggi adalah Ca dan Si. Hal ini didukung oleh data kuantitatif berupa kandungan komposisi unsur serta senyawa oksida pada sampel seperti tertera pada tabel 4.

Tabel 4. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam Katalis CaO/SiO₂ 30%

Komposisi Unsur	Komposisi Senyawa	% Unsur	% Senyawa
Si	SiO ₂	20.2	33
Ca	CaO	77.77	65.5
Ti	TiO ₂	0.04	0.03
Cr	Cr ₂ O ₃	0.047	0.037
Fe	Fe ₂ O ₃	0.18	0.13
Zn	ZnO	0.074	0.048
Sr	SrO	0.33	0.2
Mo	MoO ₃	0.56	0.59
Ba	BaO	0.1	0.09
Tm	Tm ₂ O ₃	0.35	0.21
Yb	Yb ₂ O ₃	0.3	0.18
Re	Re ₂ O ₇	0.03	0.02

Berdasarkan tabel 4 tampak bahwa terdapat unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar didalam sampel yaitu Ca dan Si dengan presentase unsur masing-masing 77,77% dan 20,2% sedangkan kandungan unsur-unsur lainnya masih tergolong rendah karena kurang dari 1%. Jika dalam bentuk senyawa oksida maka komposisi senyawa oksida tertinggi adalah CaO dengan presentase 65,5% dan diikuti oleh senyawa SiO₂ dengan presentase 33% sedangkan komposisi senyawa oksida lainnya memiliki presentase kurang dari 1%.



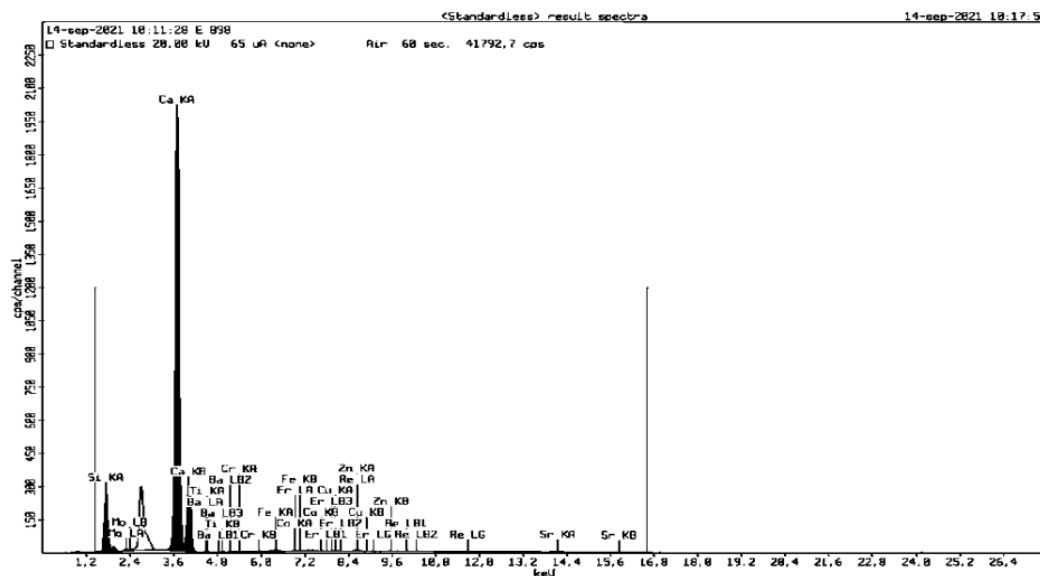
Gambar 11. Spektra Hasil Analisis XRF Katalis CaO/SiO₂ 40%

Berdasarkan hasil analisis XRF pada katalis CaO/SiO₂ 40% mengandung 12 jenis unsur yaitu Si, Ca, Ti, Cr, Fe, Cu, Zn, Sr, Mo, Ba, Tm dan Re dengan intensitas, energy dan karakteristik sinar-X yang berbeda-beda. Jika ditinjau dari besarnya intensitas yang dihasilkan maka kandungan unsur tertinggi adalah Ca dan Si. Hal ini didukung oleh data kuantitatif berupa kandungan komposisi unsur serta senyawa oksida pada sampel yang tertera pada tabel 5.

Tabel 5. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam Katalis CaO/SiO₂ 40%

Komposisi Unsur	Komposisi Senyawa	% Unsur	% Senyawa
Si	SiO ₂	28.7	44.6
Ca	CaO	69.37	54.02
Ti	TiO ₂	0.04	0.04
Cr	Cr ₂ O ₃	0.056	0.039
Fe	Fe ₂ O ₃	0.18	0.12
Cu	CuO	0.02	0.01
Zn	ZnO	0.069	0.041
Sr	SrO	0.3	0.17
Mo	MoO ₃	0.69	0.69
Ba	BaO	0.2	0.1
Tm	Tm ₂ O ₃	0.29	0.16
Re	Re ₂ O ₇	0.1	0.07

Berdasarkan tabel 5 tampak bahwa terdapat unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar didalam sampel yaitu Ca dan Si dengan presentase unsur masing-masing 69,73% dan 28,7% sedangkan kandungan unsur-unsur lainnya masih tergolong rendah karena kurang dari 1%. Jika dalam bentuk senyawa oksida maka komposisi senyawa oksida tertinggi adalah CaO dengan presentase 54,02% dan diikuti oleh senyawa SiO₂ dengan presentase 44,6% sedangkan komposisi senyawa oksida lainnya memiliki presentase kurang dari 1%.



Gambar 12. Spekta Hasil Analisis XRF Katalis CaO/SiO₂ 50%

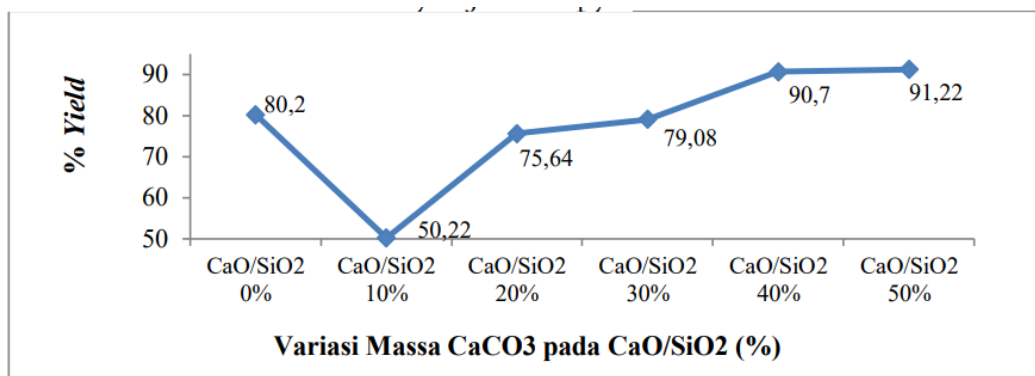
Berdasarkan hasil analisis XRF pada katalis CaO/SiO₂ 50% mengandung 13 jenis unsur yaitu Si, Ca, Ti, Cr, Fe, Co, Cu, Zn, Sr, Mo, Ba, Er dan Re dengan intensitas, energi, dan karakteristik sinar-X yang berbeda-beda. Jika ditinjau dari besarnya intensitas yang dihasilkan maka kandungan unsur tertinggi adalah Ca dan Si. Hal ini didukung oleh data kuantitatif berupa kandungan komposisi unsur serta senyawa oksida pada sampel yang tertera pada tabel 6.

Tabel 6. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam Katalis CaO/SiO₂ 50%

Komposisi Unsur	Komposisi Senyawa	% Unsur	% Senyawa
Si	SiO ₂	32.4	49.2
Ca	CaO	65.74	49.44
Ti	TiO ₂	0.05	0.04
Cr	Cr ₂ O ₃	0.058	0.039
Fe	Fe ₂ O ₃	0.15	0.1
Co	Co ₃ O ₄	0.03	0.02
Cu	CuO	0.044	0.025
Zn	ZnO	0.087	0.049
Sr	SrO	0.35	0.19
Mo	MoO ₃	0.73	0.68
Ba	BaO	0.2	0.1
Er	Er ₂ O ₃	0.07	0.04
Re	Re ₂ O ₇	0.1	0.07

Berdasarkan tabel 6 tampak bahwa terdapat unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar didalam sampel yaitu Ca dan Si dengan presentase unsur masing-masing 65,74% dan 32,4% sedangkan kandungan unsur-unsur lainnya masih tergolong rendah karena kurang dari 1%. Jika dalam bentuk senyawa oksida maka komposisi senyawa oksida tertinggi adalah CaO dengan presentase 49,44% dan diikuti oleh senyawa SiO₂ dengan presentase 49,4% sedangkan komposisi senyawa oksida lainnya memiliki presentase kurang dari 1%.

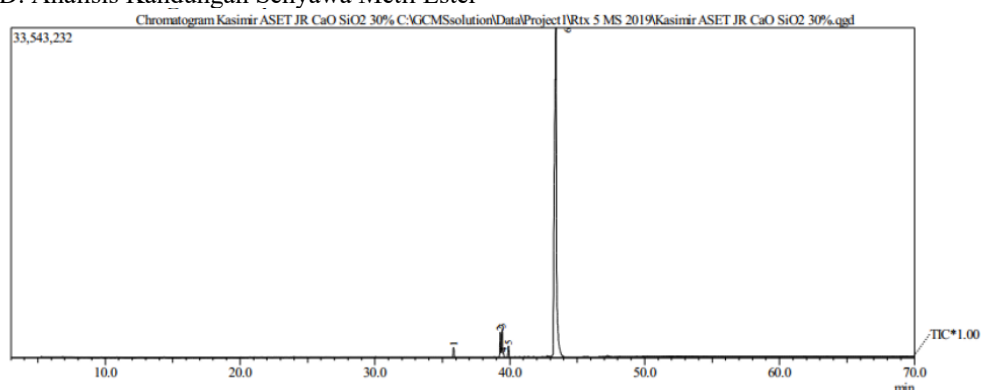
C. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar



Gambar 13. Grafik Pengaruh Komposisi CaO/SiO_2 Terhadap Yield Metil Ester

Berdasarkan grafik yang disajikan pada gambar 13, terlihat bahwa yield metil ester tertinggi pada komposisi katalis CaO/SiO_2 50% sebesar 91,22% dan dari data tersebut yield metil ester terendah terdapat pada komposisi katalis CaO/SiO_2 10% sebesar 50,22%. Berdasarkan hasil analisis XRD, terdapat puncak Ca(OH)_2 yang menyebabkan kekuatan basa pada katalis CaO menurun sehingga katalis bekerja kurang efektif dan yield yang dihasilkan menurun. Uap air yang terserap pada permukaan katalis memicu terjadinya reaksi hidrolisis pada ester yang dihasilkan yang akibatnya akan terbentuk sabun. Berdasarkan hasil analisis XRF, unsur Ca dalam bentuk oksidanya CaO semakin meningkat dengan bertambahnya CaCO_3 pada sintesis katalis dengan penyangga SiO_2 yang akan menyebabkan penumpukan fasa aktif pada permukaan katalis sehingga minyak sulit berinteraksi dengan situs basa pada katalis dan menyebabkan menurunnya yield metil ester.

D. Analisis Kandungan Senyawa Metil Ester



Gambar 14. Kromatogram GC Metil Ester dari Minyak Biji Jarak Kepyar dengan Katalis CaO/SiO_2 50%

Tabel 7. Kandungan Senyawa Metil Ester berdasarkan Hasil GC-MS

Peak	Rt	Jenis Senyawa	% Senyawa
1	35,821	Metil Palmitat	1,09
2	39,296	Metil Linoleat	3,85
3	39,421	Metil Oleat	3,04
4	39,525	Metil Oleat	0,36
5	39,891	Metil Stearat	1,14
6	43,425	Metil Risinoleat	90,52

Dari gambar 14 tampak hasil kromatogram GC metil ester dari minyak jarak kepyar yang menunjukkan terdapat 6 puncak yang artinya terdapat 6 senyawa metil ester dengan % area yang berbeda-beda. Dari data kromatogram, komposisi senyawa paling melimpah dalam sampel ditunjukkan pada peak waktu retensi 43,43 konsentrasi sebesar 90,52%.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis XRD fasa kristal katalis CaO/SiO₂ berdasarkan variasi massa CaCO₃ menunjukkan bahwa pada komposisi CaO/SiO₂ 10% terdiri dari fasa Ba_{1.95}Cu₃Nd_{1.05}O_{6.95} sebanyak 4,7% dan portlandite sebanyak 95,3%. Pada komposisi CaO/SiO₂ 20% terdiri dari fasa portlandite sebanyak 72,3% dan quartz sebanyak 27,7%. Pada komposisi CaO/SiO₂ 30% terdiri dari fasa quartz sebanyak 76,0%, portlandite sebanyak 18,0% dan halite sebanyak 6,0%. Pada komposisi CaO/SiO₂ 40% terdiri dari fasa quartz sebanyak 87,5% dan portlandite sebanyak 12,5%. Pada komposisi CaO/SiO₂ 50% terdiri dari fasa quartz sebanyak 89,6% dan portlandite sebanyak 10,4% sementara berdasarkan hasil analisis XRF komposisi unsur katalis CaO/SiO₂ berdasarkan variasi massa CaCO₃ menunjukkan bahwa kandungan unsur tertinggi ialah unsur Ca dan Si dalam bentuk oksidanya CaO dan SiO₂. Pada variasi massa CaCO₃ katalis CaO/SiO₂ yield metil ester tertinggi adalah komposisi CaO/SiO₂ 50% sebesar 91,22% dan yield metil ester terendah pada komposisi katalis CaO/SiO₂ 10% sebesar 50,22%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Devita, "Biodiesel sebagai bioenergi alternatif dan prospektif," vol. 9, pp. 23–26, 2015.
- [2] T. Kusumaningsih and R. Saryoso, "Pembuatan Bahan Bakar Biodisel dari Minyak Jarak; Pengaruh Suhu dan Konsentrasi KOH pada Reaksi Transesterifikasi Berbasis Katalis Basa," *Bioteknologi*, vol. 3, no. 1, pp. 20–26, 2006, doi: 10.13057/biotek/c030104.
- [3] R. Maulana, Z. Helwani, and E. Saputra, "Preparasi Katalis CaO/Fly Ash dan Penggunaannya pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit Off-Grade menjadi Biodiesel," *J. Online Mhs.*, vol. 4, 2017.
- [4] S. Y. Bili, "Analisis Struktur Kristal Katalis CaO/SiO₂ berdasarkan Variasi Komposisi SiO₂ dan Uji Aktivitas pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar," 2021.
- [5] K. N. Mali, *Kajian Struktur Kristal Katalis CaO-ZAA berdasarkan Variasi Komposisi dan Suhu Kalsinasi CaO, serta Aplikasinya pada Reaksi Transesterifikasi minyak Biji Kelor*. Kupang: Universitas Nusa Cendana, 2019.
- [6] S. Oko and M. Feri, "Pengembangan Katalis Cao Dari Cangkang Telur Ayam Dengan Impregnasi Koh Dan Aplikasinya Terhadap Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak," vol.11, no. 2, pp. 103–110, 2019.
- [7] A. Y. Ndak, K. Sarifudin, and Sudirman, "Pengaruh Komposisi SiO₂ pada Katalis CaO/SiO₂ terhadap Karakter Morfologi Permukaan, Ukuran Partikel dan Rendamen Metil Ester Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak," *Beta Kim.*, vol. 1, no. November, pp. 64–77, 2021.