

## SINTESIS KATALIS SILIKA TERMODIFIKASI KALSIMUM OKSIDA (CaO) DAN UJI SIFAT KATALITIKNYA PADA TRANSESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH

*Fridolin Efrata Tiko, Antonius R. B. Ola, Dodi Darmakusuma, Hermania Em Wogo*

*Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana, Kupang*

*Jln. Adisucipto Penfui, Kupang, Nusa Tenggara Timur, 85001, Indonesia*

*E-mail: hermaniawogo@yahoo.com*

### Abstrak

Telah dilakukan sintesis katalis silika dari pengolahan abu sekam padi Inpari menggunakan metode sol-gel dan sintesis katalis silika termodifikasi kalsium oksida menggunakan metode impregnasi untuk meningkatkan kinerja katalis silika serta uji sifat katalitiknya pada transesterifikasi minyak jelantah. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa silika dari abu sekam padi mencapai 97,1% dan silika termodifikasi kalsium oksida mengandung silika 24,6% dan kalsium 73,64%. Keberhasilan sintesis silika modifikasi ditunjukkan oleh adanya serapan Si-O-Logam (kalsium) pada daerah  $996,92\text{ cm}^{-1}$ . Adapun data XRD menunjukkan bahwa silika dan silika hasil modifikasi bersifat amorf. Yield biodiesel hasil transesterifikasi minyak jelantah menggunakan katalis silika dan katalis silika termodifikasi kalsium oksida mencapai 58,2% dan 78,3%. Nilai massa jenis, viskositas, kadar air, bilangan asam, titik tuang dan titik kabut berturut-turut adalah  $862,7$  dan  $886,4\text{ kg/m}^3$ ;  $2,81$  dan  $2,78\text{ mm}^2/\text{s}$ ;  $0,033$  dan  $0,024\%$ ;  $0,389$  dan  $0,561\text{ mg-KOH/g}$ ;  $15^\circ\text{C}$ ; dan  $13^\circ\text{C}$ . Selain itu, karakterisasi terhadap uji nyala menunjukkan hasil yang positif. Dengan demikian, biodiesel dari kedua jenis katalis dalam penelitian ini memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI).

**Kata kunci:** *silika, kalsium oksida, transesterifikasi minyak jelantah*

### Abstract

Synthesis of silica catalyst from Inpari rice husk ash processing and a synthesis of calcium oxide modified silica catalyst have been carried out using sol-gel method and wet impregnation method each, to improve the performance of silica catalyst and to examine their catalytic properties in the transesterification of used cooking oil. The results of XRF characterization show that rice husk ash has a content of 97,1% silica, while calcium oxide modified silica contained 2,6% silica and 73,64% calcium. The success of calcium oxide modified silica synthesis process is indicated by an absorption of Si-O-Metal (calcium) at a wavenumber of  $996,92\text{ cm}^{-1}$ . XRD data shows that silica and modified silica are amorphous. The yield of biodiesel from the transesterification of used cooking oil using silica catalyst and calcium oxide modified silica catalyst reached up to 58,2% and 78,3%. The density values, viscosities, water contents, acid numbers, pour point, and fog point are  $862,7$  and  $886,4\text{ kg/m}^3$ ;  $2,81$  and  $2,78\text{ mm}^2/\text{s}$ ;  $0,033$  and  $0,024\%$ ;  $0,389$  and  $0,561\text{ mg-KOH/g}$ ;  $15^\circ\text{C}$ ; and  $13^\circ\text{C}$ , respectively. In addition, the characterization of the flame test showed positive results. Therefore, biodiesel of the two types of catalysts in this research met the Indonesian National Standard (SNI).

**Keywords:** *silica, calcium oxide, oil transesterification used*

### PENDAHULUAN

Indonesia merupakan sebuah negara agraris yang sebagian besar penduduknya bekerja di sektor pertanian. Salah satu komoditas pertanian terbesar yang diproduksi di Indonesia demikian pula di provinsi Nusa Tenggara Timur adalah padi. Oleh karena itu, limbah pertanian yang dihasilkan seperti sekam padi sangat melimpah. Sekam padi merupakan penghasil silika ( $\text{SiO}_2$ ) terbesar yaitu sebanyak 87-97% berat kering setelah mengalami pembakaran sempurna [1]. Abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika untuk pembuatan material tertentu yang bernilai ekonomis tinggi.

Silika sebagai material padatan berpori memiliki sifat khas yang tidak dimiliki oleh senyawa anorganik lainnya, diantaranya ialah sifatnya yang inert, memiliki fungsi adsorpsi dan pertukaran ion yang baik, mudah untuk dimodifikasi dengan senyawa kimia tertentu untuk meningkatkan kinerjanya, kestabilan mekanik dan kestabilan termal tinggi. Permukaan silika yang mengandung gugus silanol

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

( $\equiv\text{Si-OH}$ ) dan siloksan ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ) yang memungkinkan dapat mengikat ion logam secara lebih selektif dengan tahapan tertentu. Selain sebagai adsorben, silika juga dapat digunakan sebagai katalis.

Salman dkk. [2] menggunakan silika dari abu sekam padi sebagai katalis silika sulfat untuk reaksi esterifikasi gliserol dengan anhidrida asam asetat dan mampu mengkonversi gliserol sebesar 77%. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh penggunaan katalis dalam reaksi tersebut, sehingga dapat diketahui bahwa silika merupakan material yang memiliki manfaat dalam kehidupan. Oleh karena itu terdapat peluang besar untuk pemanfaatannya lebih lanjut misalnya sebagai katalis dalam pengolahan minyak jelantah menjadi bahan baru yang lebih berguna seperti biodiesel.

Penggunaan katalis dalam pengolahan biodiesel membantu mempercepat reaksi pembentukan produk target. Pembuatan biodiesel dari limbah minyak jelantah kelapa sawit dapat dilakukan dengan menggunakan katalis KOH, diperoleh *yield* mencapai 82,69% [3]. Sedangkan dengan menggunakan katalis kalsium oksida (CaO) diperoleh *yield* sebesar 53% [4]. Biodiesel yang dihasilkan dari pengolahan minyak tepung ikan sardin menggunakan katalis NaOH diperoleh *yield* 45,34% [5]. Pembuatan biodiesel dari minyak jelantah juga dilakukan dengan menggunakan katalis heterogen seperti Ni/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dan Mg/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang dapat mengkonversi minyak jelantah menjadi biodiesel lebih baik dimana *yield* terbesar yang diperoleh mencapai 94,143% [6]. Persentase *yield* yang dihasilkan dengan menggunakan katalis secara umum cukup baik. Akan tetapi dalam penggunaan katalis homogen memiliki kelemahan seperti diperlukan proses pemisahan produk reaksi dari katalis karena memiliki fasa yang sama. Oleh karena itu, diperlukan pembuatan serta pengembangan katalis lain yang lebih efisien. Salah satunya dengan pembuatan katalis heterogen yang selain mampu mengkonversi minyak jelantah, juga dapat lebih mudah dipisahkan dari produk serta dapat digunakan kembali.

Kalsium oksida merupakan golongan oksida yang memiliki sifat basa, aktivitas katalitik tinggi untuk berbagai reaksi, proses preparasinya yang tidak sulit, murah, tersedia melimpah di alam dan ramah lingkungan sehingga cukup baik untuk dijadikan katalis. Modifikasi silika dengan kalsium oksida diharapkan mampu meningkatkan kinerja silika sebagai katalis. Oleh karena itu, kajian dalam penelitian ini yaitu sintesis katalis silika termodifikasi kalsium oksida dan uji sifat katalitiknya pada transesterifikasi minyak jelantah

## **METODE PENELITIAN**

### **Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, labu leher tiga, magnetic stirrer, *hot plate*, corong pemisah, oven, tanur, mortar dan alu, ayakan, pengaduk, refluks, piknometer, thermometer, XRD, XRF dan FTIR. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi, akuades, HCl, NaOH, CaO, minyak jelantah, metanol, KOH 1 M, indikator PP dan kertas saring.

### **Prosedur Kerja**

#### **Preparasi abu sekam padi**

Sekam padi (sampel) yang digunakan dalam penelitian ini diambil dari daerah Mbay, Nagekeo, Nusa Tenggara Timur dengan jenis spesifik yaitu Inpari. Sekam padi diambil dan dibersihkan dari pengotornya. Setelah itu sampel dicuci dengan air dan dibilas kembali menggunakan akuades hingga bersih. Sampel dikeringkan dengan cara dijemur di bawah terik matahari hingga kering. Kemudian diambil 1000 gram sekam padi yang bersih dan kering tersebut, lalu disangrai hingga berwarna hitam dan diabukan selama 4 jam pada suhu 700°C. Sampel digerus menggunakan mortar dan alu sampai halus serta diayak menggunakan ayakan laboratorium. Diambil 20 gram abu sekam padi hasil ayakan dan dicuci dengan HCl 6 M 120 mL disertai pengadukan selama 1 jam. Kemudian dibilas kembali dengan akuades hingga pH netral, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam.

#### **Pembuatan larutan natrium silikat**

Larutan natrium silikat dibuat dengan cara diambil 20 gram abu sekam padi hasil preparasi, dilarutkan dengan NaOH 2 M sebanyak 330 mL. Kemudian dididihkan sambil diaduk hingga mengental dan didestruksi selama 30 menit pada suhu 500°C. Selanjutnya ditambahkan 200 mL akuades pada hasil pemanasan dan didiamkan selama semalam lalu disaring.

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

**Pembuatan silika**

Silika dibuat dengan terlebih dahulu melakukan pembuatan silika gel dimana 20 mL larutan natrium silikat diambil lalu ditambahkan tetes demi tetes larutan HCl 3 M sambil diaduk hingga terbentuk gel. Kemudian didiamkan semalam, disaring dan dicuci hingga pH netral lalu dioven pada suhu 110°C selama 1 jam dan dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD dan FTIR.

**Pembuatan silika termodifikasi kalsium Oksida (CaO)**

Pembuatan silika termodifikasi kalsium oksida dilakukan menggunakan metode impregnasi basah. Kalsium oksida dilarutkan ke dalam akuades sehingga diperoleh larutan kalsium oksida 5% (b/v) dengan cara dilarutkan 5 gram kalsium oksida dalam akuades 100 mL. Kemudian serbuk silika sebanyak 10 gram dicampurkan ke dalam larutan kalsium oksida. Campuran direfluks selama 4 jam pada suhu 80°C. Setelah dilakukan penyaringan, residu (hasil padat) dikeringkan di dalam oven selama 4 jam pada suhu 60°C. Pada tahap terakhir, silika termodifikasi kalsium oksida tersebut lalu dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 700°C. Kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan XRD, XRF dan FTIR.

**Preparasi minyak jelantah**

Sebanyak 200 mL minyak jelantah dipanaskan pada suhu 120°C, kemudian disaring dan didiamkan pada suhu kamar.

**Uji sifat katalitik dalam transesterifikasi minyak jelantah**

Uji sifat katalitik dalam transesterifikasi minyak jelantah dilakukan dengan menggunakan katalis silika dan silika termodifikasi kalsium oksida. Uji dilakukan dengan menggunakan 27,45 mL minyak jelantah yang telah dipreparasi dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Minyak jelantah dipanaskan pada *hot plate* hingga mencapai suhu reaksi 60°C, kemudian direaksikan dengan metanol pada rasio mol minyak terhadap metanol sebesar 1:9 dalam labu leher tiga tersebut (10,63 mL) dan ditambahkan masing-masing katalis yang diuji; massa 5% dari berat minyak yang digunakan (1,25 gram). Proses transesterifikasi dilakukan pada suhu 60°C selama 2 jam [7].

Selama proses reaksi berlangsung, dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Kecepatan pengadukan konstan pada 300 rpm sampai waktu reaksi selesai. Hasil proses transesterifikasi disaring terlebih dahulu, kemudian filtratnya dimasukkan ke dalam corong pemisah dan dibiarkan semalam hingga terbentuk dua lapisan. Komponen selain biodiesel dipisahkan dengan cara lapisan bawahnya dikeluarkan dari corong pemisah. Kemudian ditambahkan air panas pada suhu 80°C untuk pencucian biodiesel. Campuran biodiesel tersebut dikocok perlahan dan didiamkan 5 menit hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan bawah dikeluarkan dari corong pemisah. Diulangi hingga air buangan menjadi jernih.

Biodiesel hasil pencucian selanjutnya dipanaskan selama 2 jam pada suhu 125-130°C, diaduk menggunakan *magnetic stirrer*, didinginkan lalu disaring. Kemudian dihitung % *yield* biodiesel yang diperoleh dari setiap uji katalis hasil sintesis menggunakan perhitungan 1 di bawah ini.

$$\text{Yield} = \frac{\text{Volume produk (biodiesel)}}{\text{Volume minyak jelantah}} \times 100\% \quad (1)$$

**Karakterisasi biodiesel**

**Penentuan massa jenis biodiesel**

Penentuan massa jenis biodiesel yang diperoleh baik menggunakan katalis silika maupun katalis silika termodifikasi kalsium oksida, dilakukan dengan terlebih dahulu menimbang berat piknometer kosong, berat piknometer berisi sampel (biodiesel). Volume piknometer yang digunakan adalah 10 mL. Kemudian dihitung massa jenis biodiesel menggunakan perhitungan 2.

$$\text{Massa jenis} = \frac{\text{Berat piknometer berisi sampel} - \text{Berat piknometer kosong}}{\text{Volume piknometer}} \quad (2)$$

**Penentuan viskositas biodiesel**

Viskositas biodiesel ditentukan dengan terlebih dahulu menentukan waktu tempuh (t) air (pembanding) dan waktu tempuh (t) masing-masing biodiesel, dimana pada jarak yang sama. Waktu tempuh diukur saat bola pejal dijatuhkan dari batas atas gelas ukur hingga batas bawah gelas ukur. Kemudian ditentukan konstanta viskositas (k), spesifik graviti setiap biodiesel (sg), viskositas dinamik untuk selanjutnya ditentukan viskositas kinematik biodiesalnya. Adapun perhitungan yang digunakan adalah:

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

$$\text{Konstanta viskositas} = \frac{\text{viskositas air}}{\text{sg air} \times t \text{ air}} \quad (3)$$

$$\text{sg} = \frac{\text{massa jenis biodiesel}}{\text{massa jenis air}} \quad (4)$$

$$\text{Viskositas dinamik} = k \times \text{sg} \times t \quad (5)$$

$$\text{Viskositas kinematik} = \frac{\text{Viskositas dinamik}}{\text{Massa jenis biodiesel}} \quad (6)$$

**Penentuan kadar air produk (biodiesel)**

Penentuan kadar air dalam masing-masing biodiesel dilakukan dengan menimbang berat biodiesel awal (sebelum diuapkan) dan menimbang berat biodiesel akhir (sesudah diuapkan), kemudian dihitung kadar airnya menggunakan perhitungan 7.

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Berat awal}-\text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \quad (7)$$

**Penentuan bilangan asam produk (biodiesel)**

Bilangan asam dari masing-masing biodiesel yang dihasilkan, ditentukan dengan terlebih dahulu menimbang berat biodiesel yang akan digunakan, kemudian ditambahkan dengan indikator PP dalam erlenmeyer berisi biodiesel tersebut. Dilakukan titrasi dengan KOH 1 M sebanyak 3 kali pengulangan sambil dicatat volume KOH yang digunakan dalam titrasi, lalu dihitung volume rata-ratanya sebagai mL KOH. Proses titrasi dilakukan hingga terbentuk warna merah jambu. Penentuan bilangan asam dihitung menggunakan perhitungan 8.

$$\text{Bilangan asam} = \frac{\text{mL KOH} \times n \text{ KOH} \times \text{BM KOH}}{\text{gr sampel biodiesel}} \quad (8)$$

**Penentuan titik kabut produk (biodiesel)**

Penentuan titik kabut secara sederhana dilakukan dengan merendam gelas kimia berisi biodiesel di dalam suatu wadah berisi es batu. Suhu dimana biodiesel mulai membentuk padatan (membeku) dicatat sebagai titik kabutnya.

**Penentuan titik tuang produk (biodiesel)**

Penentuan titik tuang secara sederhana dilakukan berkelanjutan dari penentuan titik kabut, dimana biodiesel dalam gelas kimia tertentu yang direndam dalam suatu wadah berisi es batu dibiarkan pada suhu ruang, hingga lama-kelamaan membuat biodiesel yang sebelumnya padat menjadi cair kembali secara perlahan. Suhu dimana biodiesel mulai mencair dan dapat tertuang dicatat sebagai titik tuangnya.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Hasil Preparasi Abu Sekam Padi**

Sekam padi yang digunakan sudah dipisahkan, dibersihkan dari pengotoranya dan melewati proses pengeringan. Proses penyangraian sekam padi (untuk menurunkan suhu pengabuan) yang sudah bersih menghasilkan sekam padi berwarna hitam. Pengabuan menghasilkan abu sekam padi berwarna putih. Menurut Wogo dan Ndoen [8], proses pengabuan yang dilakukan pada suhu 700°C akan menghasilkan abu yang mengandung silika berstruktur amorf. Silika dengan struktur amorf bersifat tidak stabil sehingga lebih reaktif dan mudah dilebur serta mengoptimalkan silika yang dihasilkan. Dalam proses pengabuan, senyawa organik yang terkandung dalam sekam padi (ditandai dengan warna hitam pada sekam) mengalami oksidasi menghasilkan gas H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub> dan oksida silika (abu menjadi putih). Abu putih hasil pentanuran mengindikasikan adanya kandungan silika yang tinggi dan berstruktur amorf (Gambar 1(c)). Berdasarkan hasil perhitungan, sekam padi yang digunakan mengandung kadar abu mencapai 53,29%.

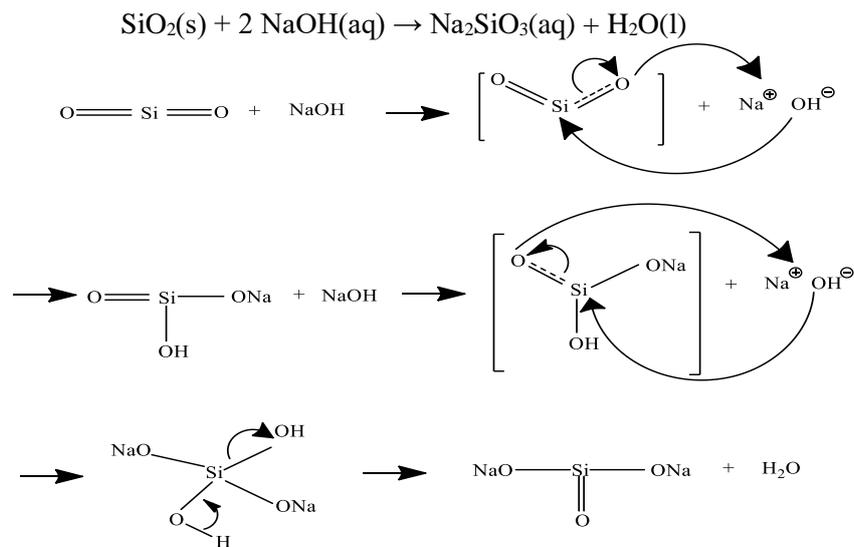
Pencucian abu sekam dengan HCl 6 M dikarenakan sifat kimia SiO<sub>2</sub> yang cenderung tidak larut dalam larutan asam kecuali HF, sehingga tidak mengurangi rendemen SiO<sub>2</sub> yang dihasilkan [9]. Penggunaan HCl berkonsentrasi tinggi akan turut meningkatkan jumlah oksida terlarut dalam abu sekam padi. Hasil pembilasan dengan akuades, diperoleh pH netral. Pengeringan abu sekam hasil pencucian dan pembilasan, dilakukan untuk membebaskan molekul air yang masih terdapat dalam abu sekam padi menghasilkan abu sekam berwarna putih bersih (Gambar 1(f)).

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

**Hasil Pembuatan Larutan Natrium Silikat**

Larutan natrium silikat dibuat dengan mereaksikan NaOH dan abu sekam padi melalui pendidihan mencapai suhu 300°C disertai pengadukan. Hal ini dikarenakan silika memiliki tingkat kelarutan yang sangat besar dalam suasana basa yaitu pada pH ≥ 10, sehingga mempermudah proses peleburan [8].

Peleburan pada suhu 500°C selama 30 menit bertujuan agar reaksi antara NaOH dan abu sekam dapat terjadi secara sempurna sehingga semua silika dalam abu sekam dapat terlebur menjadi natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). Selain itu, NaOH memiliki titik lebur 318°C sehingga peleburan atau destruksi dilakukan pada suhu 500°C agar NaOH dapat melebur menjadi ion Na<sup>+</sup> dan OH<sup>-</sup> yang akan berinteraksi dengan ikatan O=Si=O pada molekul SiO<sub>2</sub> [10], dengan reaksi sebagai berikut:



Hasil peleburan NaOH dan abu sekam padi berupa padatan berwarna putih kebiruan dengan tekstur yang berongga (Gambar 1(g)). Perendaman padatan dengan akuades semalaman menghasilkan larutan natrium silikat yang berwarna kuning kecoklatan (Gambar 1(h)).

**Hasil Pembuatan Silika dari Abu Sekam Padi**

Pembuatan silika gel dilakukan dengan menambahkan larutan asam yaitu HCl ke dalam larutan natrium silikat. pH campuran larutan hingga terbentuk gel adalah 12. Pembilasan dengan akuades menghasilkan pH yang netral. Larutan HCl 3 M yang digunakan hingga terbentuk gel dalam pembuatan silika mencapai 450 mL. Menurut Besin [11], proses sintesis silika dari komponen sebelumnya yaitu silika gel, terbentuk dari adanya reaksi antara natrium silikat dan HCl, dimana ion H<sup>+</sup> dari HCl akan berikatan dengan ion silikat dari natrium silikat sehingga membentuk gugus silanol. Gugus silanol ini kemudian akan diserang oleh ion silikat lainnya dan menghasilkan gugus siloksan yang menjadi penghubung atau menjembatani silika yang satu dan lainnya.

Pengeringan silika gel menghasilkan serbuk silika berwarna putih. Adapun tahapan sintesis silika dapat dilihat pada Gambar 1 di bawah ini.



(a)



(b)

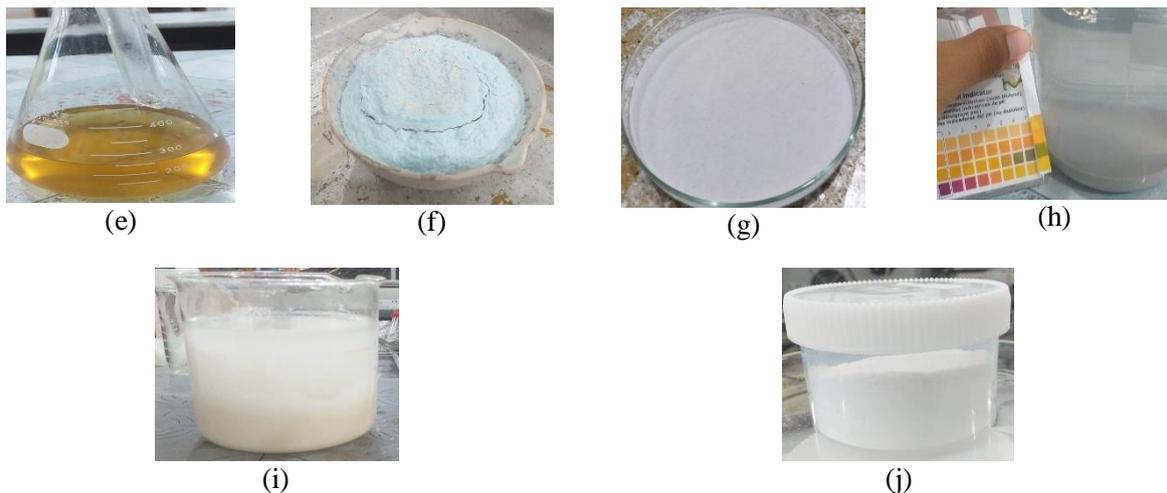


(c)



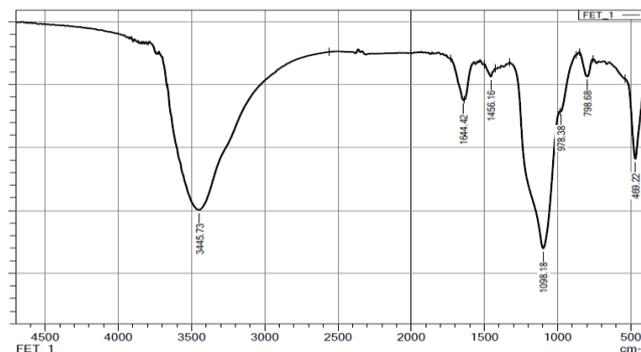
(d)

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**



Gambar 1. (a) Sekam padi, (b) sekam padi hasil sangrai, (c) abu sekam padi, (d) pencucian abu dengan HCl, (e) abu hasil pembilasan, (f) abu hasil oven, (g) padatan natrium silikat, (h) larutan natrium silikat, (i) silika gel, (j) serbuk silika.

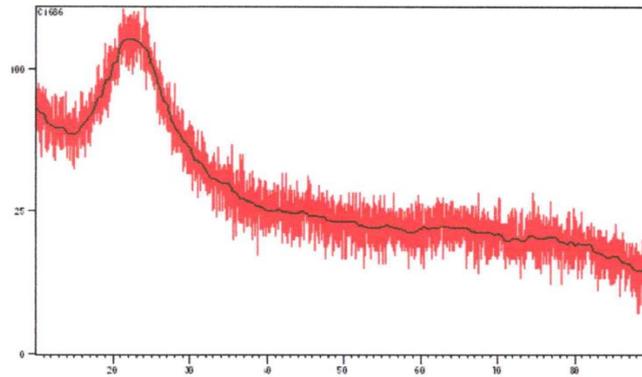
Silika yang diperoleh dalam penelitian ini adalah 20,400 gram. Berdasarkan hasil analisis XRF seperti yang terlihat pada Gambar 2, silika yang diperoleh dari pengolahan abu sekam padi ini memiliki kadar mencapai 97,1%. Hal ini menunjukkan bahwa abu sekam padi memiliki kandungan silika yang sangat tinggi.



Gambar 2. Spektra FTIR silika

Karakterisasi serbuk silika menggunakan FTIR dengan interpretasi yang menunjukkan bahwa terdapat ikatan -Si-OH dan -Si-O-Si- yang ditunjukkan dengan adanya serapan pada daerah sekitar 3445,73; 1644,42 dan 978,38  $\text{cm}^{-1}$  akibat vibrasi gugus -OH dari -Si-OH. Serapan pada daerah 1098,18 dan 798,68  $\text{cm}^{-1}$  merupakan akibat dari vibrasi gugus -Si-O-Si-, serapan pada daerah 469,22  $\text{cm}^{-1}$  akibat vibrasi gugus -Si-O dari -Si-O-Si dan serapan pada daerah 1456,16  $\text{cm}^{-1}$  akibat vibrasi gugus Si=O [11, 12, 13].

Silika yang dihasilkan dari abu sekam padi dalam penelitian ini bersifat amorf dengan spektra yang dapat dilihat pada Gambar 3 di bawah ini.



Gambar 3. Spektra silika hasil pengolahan abu sekam padi

Nilai  $2\theta$  berkisar antara  $22-25^\circ$  dengan spektra yang melebar dan identik dengan spektra-spektra silika amorf standard sehingga sangat berpotensi untuk dimodifikasi.

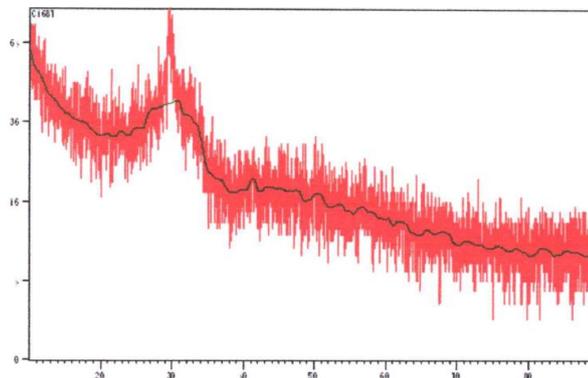
#### **Hasil Pembuatan Katalis Silika Termodifikasi Kalsium Oksida**

Silika termodifikasi kalsium oksida yang diperoleh memiliki struktur berupa serbuk berwarna putih yang licin saat terjadi kontak dengan kulit. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa modifikasi silika dengan kalsium oksida tidak menyebabkan adanya perubahan sifat kristalinitas silika yakni amorf (Nilai  $2\theta$  melebar antara  $25-33^\circ$ ).



Gambar 4. Silika termodifikasi kalsium

Menurut Uriastanti, dkk. [14] dan Waseem, dkk. [15], spektra yang menunjukkan adanya satu puncak terutama tanpa disertai adanya puncak tajam lain dan serapannya melebar pada daerah  $2\theta=22-28^\circ$ , mengindikasikan material bersifat amorf.

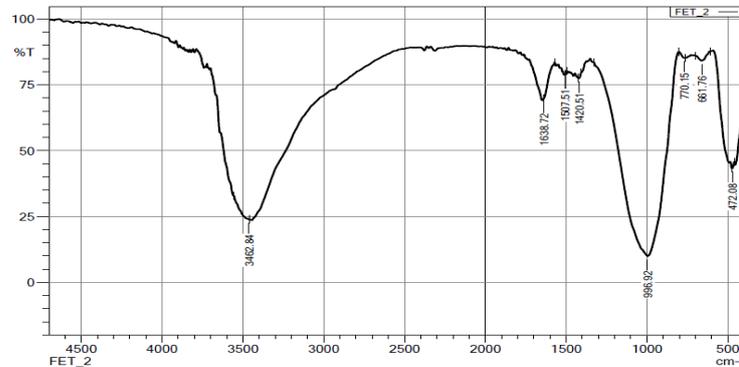


Gambar 5. Silika termodifikasi kalsium

Keberhasilan dari proses pembuatan katalis silika termodifikasi kalsium oksida (CaO) ini dapat dilihat melalui spektra FTIR, dimana adanya peak atau puncak baru pada daerah serapan gugus fungsi dari komponen yang ditambahkan dalam proses modifikasi tersebut. Menurut Siregar [13], puncak antara  $675,09$  hingga  $459,06 \text{ cm}^{-1}$ , merupakan daerah serapan bagian mineral yang berbentuk oksida

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

seperti  $K_2O$ ,  $MgO$ ,  $CaO$ ,  $BaO$  dari proses kalsinasi yang disebut dengan gugus fungsi  $O-M^+$ . Dalam penelitian ini, serapan tersebut ditunjukkan dengan adanya puncak atau peak pada daerah  $661,76\text{ cm}^{-1}$ . Keberadaan gugus fungsi tersebut pada katalis silika termodifikasi  $CaO$  diperoleh karena adanya proses impregnasi menggunakan  $CaO$  ke dalam silika dari abu sekam padi hasil pembuatan (sintesis) sebelumnya. Akibatnya gugus fungsi  $Si-O-Logam$  mampu terdeteksi melalui adanya serapan gugus fungsi  $Si-O-M^+$  yang dapat dilihat pada daerah serapan  $996,92\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 6. Spektra FTIR silika termodifikasi kalsium

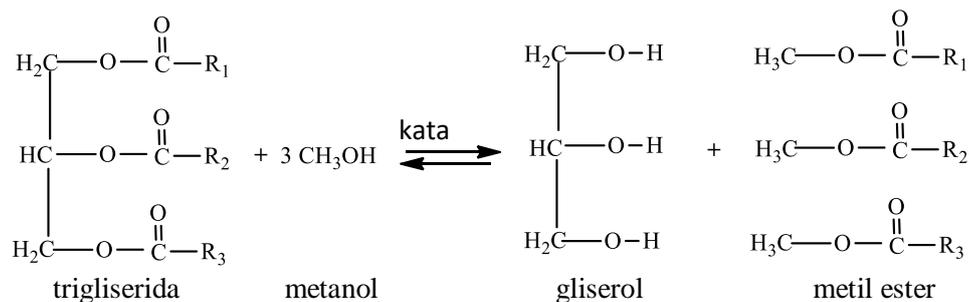
Berdasarkan hasil analisis XRF, unsur Si dan Ca merupakan unsur dengan komposisi tertinggi dari unsur lainnya. Kandungan unsur Ca yang merupakan komponen yang impregnasikan ke dalam silika hasil sintesis mencapai 73,64% dan silika 24,6%. Persentase ini turut mendukung interpretasi bahwa sintesis silika termodifikasi kalsium oksida ( $CaO$ ) ini berhasil dilakukan.

**Hasil Preparasi Minyak Jelantah**

Preparasi minyak jelantah terdiri dari dua bagian yaitu pemanasan dan penyaringan. Minyak jelantah hasil preparasi (Gambar 3 (b)) terlihat secara fisik lebih bersih dari pengotor terutama partikel padat dan warnanya lebih jernih dari sebelum dipreparasi (Gambar 3 (a)).

**Hasil Uji Sifat Katalitik dalam Transesterifikasi Minyak Jelantah**

Transesterifikasi merupakan reaksi antara trigliserida dalam minyak nabati dan alkohol yang menghasilkan produk berupa biodiesel (mono-alkil ester) dan gliserol, dengan persamaan reaksi seperti di bawah ini.



Uji sifat katalitik dari katalis silika dan silika termodifikasi kalsium oksida menghasilkan produk biodiesel dengan karakteristik seperti Tabel 1 berikut ini yang dibandingkan dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182:2015-Biodiesel dari Badan Standarisasi Nasional [16].

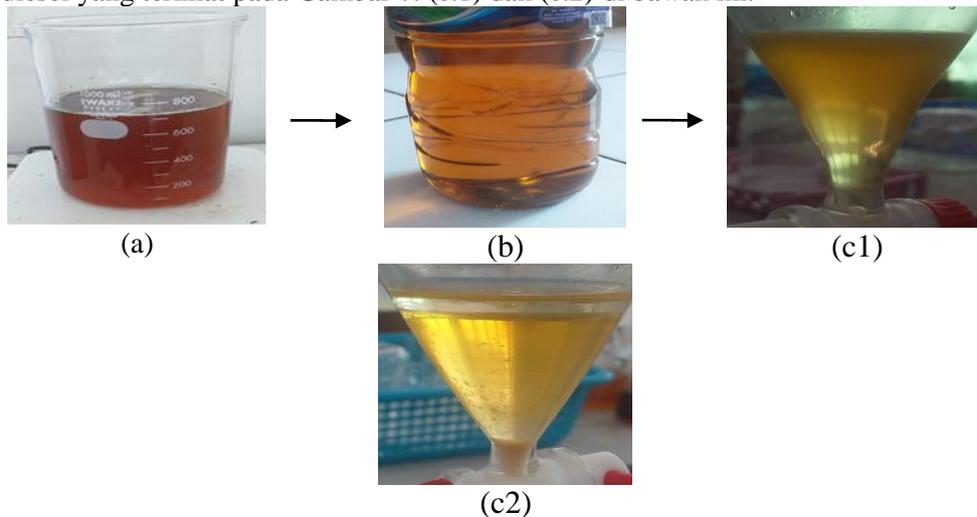
Tabel 1. Karakterisasi biodiesel sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI)

Parameter (satuan)	Standar biodiesel (SNI)	Sampel	
		Biodiesel dengan katalis silika	Biodiesel dengan katalis silika termo difikasi kalsium oksida
Massa jenis ( $\text{kg/m}^3$ )	850-890	862,7	886,4
Viskositas ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )	2,3-6,0	2,81	2,78
Kadar air (%)	max.0,05	0,033	0,024

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

Bilangan asam (mg-KOH/g)	max.0,8	0,389	0,561
Titik tuang (°C)	max.18	15	15
Titik kabut (°C)	max.18	13	13
Uji nyala	Nyala	Nyala	Nyala
Warna	-	Kuning (pucat)	Kuning (jernih)
<i>Yield</i>	-	58,2%	78,3%

Berdasarkan data karakteristik biodiesel dari masing-masing katalis hasil sintesis sebelumnya dan data standar biodiesel tersebut, dapat dilihat bahwa produk target berupa biodiesel yang dihasilkan dalam penelitian ini memenuhi spesifikasi biodiesel standar, artinya komponen tersebut merupakan biodiesel yang terlihat pada Gambar 7. (c.1) dan (c.2) di bawah ini.



Gambar 7. (a)sebelum dipreparasi; (b)sesudah dipreparasi; (c1)biodiesel (katalis) ;  
(c2) biodiesel (katalis silika termodifikasi)

Proses transesterifikasi sebagai uji sifat katalitik dari katalis silika dan katalis silika termodifikasi kalsium oksida dalam penelitian ini menghasilkan produk berupa biodiesel dengan *yield* masing-masing sebesar 58,2% untuk biodiesel dengan katalis silika dan 78,3% untuk biodiesel dengan katalis silika termodifikasi kalsium oksida. Persentase *yield* kedua biodiesel ini merepresentasikan bahwa kedua katalis yang dibuat dalam penelitian ini bekerja cukup baik sebagai katalis. Katalis silika termodifikasi kalsium oksida menghasilkan *yield* dengan persentase yang lebih besar menunjukkan bahwa katalis silika hasil modifikasi ini mampu meningkatkan kinerjanya sebagai katalis.

### KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa silika mengandung unsur Si dengan kadar mencapai 97,1% dan silika hasil modifikasi mengandung unsur Si dan Ca berturut-turut adalah 24,6% dan 73,64%. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan munculnya serapan dari gugus silanol (Si-OH), siloksan (Si-O-Si) pada kedua katalis serta serapan Si-O-Logam (Si-O-M<sup>+</sup>) yaitu logam kalsium pada silika termodifikasi kalsium oksida. Kedua katalis hasil sintesis menunjukkan strukturnya amorf. Persentase *yield* biodiesel hasil transesterifikasi minyak jelantah menggunakan katalis silika dan silika termodifikasi kalsium oksida berturut-turut sebesar 58,2% dan 78,3%.

Adapun saran dalam penelitian ini yaitu perlu dilakukan pretreatment kepada bahan awal seperti minyak sebelum dikonversi menjadi biodiesel untuk mengoptimalkan produk biodiesel yang diperoleh, perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk karakterisasi biodiesel yang dihasilkan dengan menggunakan analisis GC-MS, serta perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk mengembangkan bahan

**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA I  
UNIVERSITAS NUSA CENDANA  
Kupang, 31 Maret 2022**

katalis seperti modifikasi dengan material anorganik lainnya untuk pembuatan produk lain yang bermanfaat bagi masyarakat dan memiliki nilai ekonomis tinggi.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Handayani, P., Nurjanah E. dan Rengga, W. 2014. Pemanfaatan Limbah Sekam Padi menjadi Silika Gel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 4(2): 55-59.
- [2] Salman, M.N., D. Krisdiyanto, Khamidinal, K. dan Arsanti, P. 2015. Preparasi Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitik pada Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan Anhidrida. *Jurnal Teknik Kimia*. 15(4): 231-240.
- [3] Yasin, M. 2011. *Pengaruh Konsentrasi Katalis KOH terhadap Sintesis Biodiesel dari Minyak Limbah Industri Kelapa Sawit*. Skripsi. Program Studi Kimia Fakiultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.
- [4] Hidayati, N., Ariyanto, T.S. dan Septiawan, H. 2017. Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas menjadi Biodiesel dengan Katalis Kalsium Oksida. *Jurnal Teknologi Bahan Alam*. 1(1): 1-5.
- [5] Ningtyas, D.P., Budhiyanti, S.A. dan Sahubawa, L. 2013. Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biofuel dari Minyak Tepung Ikan Sardin. *Jurnal Teknosains*. 2(2): 71-158.
- [6] Savitri, N.A.S. dan Aziz, I. 2016. Pembuatan Katalis Asam ( $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) dan Katalis Basa ( $\text{Mg}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) dan Aplikasi Pembuatan Biodiesel Bahan Baku Minyak Jelantah. *Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia*. 2(1):1-10.
- [7] Haryono, Yuliyati, Y.B., Noviyanti, A.R., Rizal, M. dan Nurjanah, S. 2020. Karakterisasi Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan dengan Katalis Heterogen Silika Terimpregnasi Kalsium Oksida. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 31(1): 1-68.
- [8] Wogo, H.E. dan Ndoen, M.C.W. 2020. Optimasi Volume Larutan Prekursor Natrium Silikat Hasil Pengolahan Abu Sekam Padi terhadap Kelenturan Plastik Komposit Silika Terimobilisasi EDTA-Ag dan Kitosan. *Jurnal Saintek Lahan Kering*. 3(1): 16-19.
- [9] Meda, M.I. 2021. *Pembuatan Semen Geopolimer dari Fly Ash dengan Aktivator KOH dan  $\text{KSiO}_3$  yang Disintesis dari Sekam Padi*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknik. Universitas Nusa Cendana.
- [10] Wogo, H.E., Kedjo, G.Y., Selan, O.Th.E dan Ola, A.R.B. 2017. *Sintesis Plastik Antibakteri*. Prosiding Seminar Nasional 2 Laboratorium Riset Terpadu Undana 2017. 15-23.
- [11] Besin, M.E. 2021. *Sintesis Silika Termodifikasi Asam Laurat dari Abu Sekam Padi*. Prosiding Webinar Nasional Pendidikan dan Sains Kimia 3 Tahun 2020. 82-89.
- [12] Doni, Z.J.P. 2015. *Pengaruh Rasio Silika Alumina pada Kristalisasi ZSM-5 dari Kaolin Bangka dan Abu Sekam Padi*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- [13] Siregar, H. 2018. *Pembuatan dan Karakterisasi Katalis K-Silika Berbasis Daun Bambu untuk Reaksi Transesterifikasi*. Skripsi. Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara.
- [14] Uriastanti, O., Mahatmanti, F.W., Prasetya, A.T., dan Sari, E.P. 2016. Preparasi dan Karakterisasi Silika Limbah Leaching Zirkon sebagai Adsorben Ion Fe(III). *Indonesian Journal of Chemical Science*. 5(3): 221-224.
- [15] Waseem, M., Mustafa, S., Naem, A., Shah, K.H., Shah, I. dan Haque, I.U. 2009. Synthesis and Characterization of Silica by Sol Gel Method. *Journal of Pakistan Materials Society*. 3(1): 19-21.
- [16] Badan Standarisasi Nasional (BSN). 2015. *Standar Nasional Biodiesel (SNI)*. Jakarta.