

STUDI HUBUNGAN ANTARA MASSA CaCO_3 PADA SINTESIS KATALIS CaO/SiO_2 DENGAN MORFOLOGI PERMUKAAN DAN UKURAN PARTIKEL SERTA RENDEMEN METIL ESTER PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI JARAK KEPYAR

Melsi Lakbe¹; Kasimir Sarifudin²; Heru Christianto³
1,2,3 Program Studi Pendidikan Kimia, Fkip-Universitas Nusa Cendana
Jl. Adisucipto Penfui, Kupang-Ntt 85001 Indonesia
Email korespondensi: melsi23lakbe@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh massa CaCO_3 pada katalis CaO/SiO_2 terhadap karakter morfologi permukaan, ukuran partikel dan rendamen metil ester pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar. Prosedur penelitian ini meliputi perlakuan awal zeolit alam ende flores menggunakan metode hidrotermal, aktivasi zeolit menggunakan HCl, sintesis silika melalui metode hidrotermal dan kopresipitasi, pemurnian silika menggunakan metode leaching asam dan sonikasi, preparasi kalsium karbonat pada suhu 120 oC selama 9 jam, dan sintesis CaO/SiO_2 dengan mendispersikan CaCO_3 pada silika dengan variasi massa CaCO_3 yaitu 35,90%, 27,19%, 19,35%, 12,28%, 5,85% dan 0% pada CaO/SiO_2 b/b. Karakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk melihat morfologi permukaan, Image-J untuk melihat ukuran partikel, serta uji aktivitas katalis pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin meningkatnya massa CaCO_3 pada CaO/SiO_2 karakter morfologi permukaan tidak terjadi penggumpalan pada permukaan katalis dan ukuran partikel dari setiap katalis semakin kecil. Aktivitas katalitik katalis cenderung meningkat dengan perolehan % yield optimum diperoleh pada katalis CaO/SiO_2 50% dengan hasil yang diperoleh sebesar 91,22%. Berdasarkan hasil uji GC-MS didapatkan adanya senyawa metil stearat, metil palmitat, metil linoleat, metil oleat dan metil risinoleat yang terkandung didalam rendemen metil ester.

Kata kunci: Katalis, Massa CaCO_3 , Morfologi permukaan, Ukuran partikel, Yield metil ester

ABSTRACT

*Research has been carried out on the effect of mass of CaCO_3 on CaO/SiO_2 catalyst on surface morphological characters, particle size and methyl ester yield in the transesterification reaction of *Jatropha castor* oil. The research procedures involved pre-treating ende flores natural zeolite using the hydrothermal method, zeolite activation using HCl, silica synthesis using hydrothermal and coprecipitation methods, silica purification using acid leaching and sonication methods, calcium carbonate preparation at 120 oC for 9 hours, and CaO synthesis. / SiO_2 by dispersing CaCO_3 on silica with mass variations of CaCO_3 namely 35.90%, 27.19%, 19.35%, 12.28%, 5.85% and 0% on CaO/SiO_2 w/w. Characterization using SEM-EDX to see the surface morphology, Image-J to see the particle size, as well as test the activity of the catalyst in the transesterification reaction kepyar oil. The results showed that as the mass of CaCO_3 on CaO/SiO_2 increased, the surface morphological characters did not agglomerate on the surface of the catalyst and the particle size of each catalyst became smaller. The catalytic activity of the catalyst tends to increase with the optimum % yield obtained on 50% CaO/SiO_2 catalyst with a yield of 91.22%. Based on the results of the GC-MS test, it was found*

that there were compounds of methyl stearate, methyl palmitate, methyl linoleate, methyl oleate and methyl ricinoleate contained in the methyl ester yield.

Keyword: Catalyst, Mass of CaCO₃, Surface morphology, Particle size, Yield of methyl ester

PENDAHULUAN

Perkembangan era globalisasi yang diikuti oleh pertumbuhan industri dan ekonomi yang pesat, serta peningkatan jumlah penduduk menyebabkan peningkatan jumlah konsumsi energi yang signifikan. Data dari Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT) dalam Outlook Energi Indonesia 2017 menyatakan bahwa penyumbang angka konsumsi energi tertinggi adalah industri (48%) dan transportasi (35%) yang masih mengandalkan sumber-sumber energi tak terbarukan seperti batubara, gas, dan minyak bumi, sedangkan penggunaan bahan bakar non minyak atau biofuel dari tahun ke tahun semakin meningkat namun pada tahun 2014 baru mencapai angka 9%. Oleh karena itu, saat ini banyak dilakukan penelitian terkait pengembangan energi alternatif untuk meningkatkan produksi dan konsumsi biofuel tersebut [1]. Salah satu bahan bakar alternatif yang dapat digunakan sebagai pengganti bahan bakar minyak bumi adalah biodiesel. Hal ini dikarenakan biodiesel memiliki kemiripan karakteristik dengan bahan bakar mesin diesel [2].

Salah satu bahan baku yang berpotensi untuk dikembangkan menjadi biodiesel adalah tanaman jarak kepyar. Tanaman ini dapat memberikan nilai ekonomis karena bijinya menghasilkan minyak sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Minyak jarak memiliki peluang lebih besar sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dibanding minyak kelapa dan minyak sawit, karena kandungan asam lemak esensial minyak jarak yang rendah sehingga tidak termasuk dalam kategori minyak untuk bahan pangan (edible oil) [3].

Reaksi transesterifikasi adalah suatu proses mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati ataupun lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol sehingga menghasilkan biodiesel dan gliserol [4]. Menurut Corro, dkk. (2013) menjelaskan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa 4000 kali lebih cepat dibanding katalis asam. Namun penggunaan katalis homogen menimbulkan beberapa masalah, diantaranya katalis akan bercampur homogen dengan produk, sehingga proses pemurnian produknya relatif sulit. Masalah lain adalah penggunaan katalis homogen dapat menyebabkan reaksi penyabunan sehingga proses pemisahan produk merupakan masalah yang sangat utama. Kendala lain yaitu, banyaknya air limbah yang dihasilkan untuk memisahkan katalis dan produk [5]. Untuk mengatasi kelemahan-kelemahan yang dimiliki katalis basa homogen tersebut, dapat digunakan katalis basa heterogen. Katalis basa heterogen lebih mudah dipisahkan dari produk dan dapat digunakan untuk proses berkelanjutan serta tidak menimbulkan reaksi saponifikasi [6].

Saat ini, banyak peneliti mengkaji penggunaan katalis basa heterogen untuk proses produksi biodiesel. Salah satu contoh katalis basa heterogen yang baru-baru ini banyak diteliti adalah CaO [7]. Kalsium oksida (CaO) adalah material anorganik yang dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi, karena memiliki aktivitas yang tinggi, bersifat basa kuat, tahan lama dan dapat menekan biaya produksi [8].

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Fanny et al., (2018) yang memanfaatkan cangkang telur ayam sebagai sumber CaO dalam proses produksi biodiesel dari minyak sawit menghasilkan % metil ester sebesar 88,8%. Albuquerque, dkk. (2008) menyatakan bahwa, hasil penelitian produksi biodiesel dari minyak bunga matahari dengan menggunakan katalis CaO yang diimbangkan pada padatan silika menghasilkan konversi biodiesel sebesar 95%. Penggunaan suatu pengemban katalis sangat penting karena dapat mengubah karakter katalis dan meningkatkan persentase yield biodiesel [9]. Penggunaan silika sebagai pengemban katalis heterogen sudah banyak dilakukan dalam berbagai reaksi katalitik seperti sintesis biodiesel [10], [11].

Salah satu parameter kualitas katalis yang baik adalah mampu mengubah bahan baku menjadi produk yang diinginkan. Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi diantaranya ukuran partikel, dan morfologi katalis [12]. Ukuran partikel katalis yang kecil akan meningkatkan luas permukaan sehingga permukaan kontak tempat berlangsungnya reaksi antara reaktan dan katalis akan semakin baik [13]. Morfologi katalis berkaitan dengan permukaan katalis. Permukaan yang poros akan meningkatkan luas area permukaan sehingga semakin banyak molekul reaktan yang terjebak atau

masuk kedalam katalis, berinteraksi dengan fasa aktif katalis sehingga semakin banyak molekul reaktan yang terkonversi menjadi produk [14].

Ukuran partikel, morfologi katalis dan rendamen metil ester dipengaruhi komposisi dari katalis dan komposisi silika sebagai pengemban katalis juga turut mempengaruhi. Penelitian Siregar (2018) tentang sintesis K Silika untuk reaksi transesterifikasi dan hasil karakterisasi morfologi menggunakan SEM menunjukkan bahwa pada komposisi fasa aktif yang tinggi dibanding silika yaitu 2,5:1 menyebabkan aglomerasi pada permukaan. Haumuty (2020) mensintesis katalis CaO/SiO₂ dengan komposisi CaO 50, 60, 70, 80, 90 dan 100%. Hasil analisis ukuran partikel kemudian menunjukkan bahwa komposisi silika yang bervariasi pada katalis menghasilkan ukuran partikel yang bervariasi. Sementara itu pada penelitian Banaweng (2020) tentang pengaruh komposisi CaO dalam katalis CaO/SiO₂ terhadap yield metil ester dalam reaksi transesterifikasi minyak biji kelor menunjukkan bahwa jumlah SiO₂ yang berlebih menyebabkan terjadinya penumpukan partikel penyangga katalis sehingga metil ester yang dihasilkan rendah.

Melihat bagaimana pengaruh komposisi katalis serta peran pengemban silika terhadap karakter katalis dan pengaruhnya pada yield metil ester reaksi transesterifikasi maka perlu dilakukan penelitian tentang Pengaruh massa CaCO₃ Pada Katalis CaO/SiO₂ Terhadap Karakter Morfologi Permukaan, Ukuran Partikel Dan Rendamen Metil Ester Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu alat-alat gelas, neraca analitik, kaca arloji, labu leher 3, kondensor, gelas kimia, kertas label, tissue, blender, kertas saring, toples, pengaduk, kertas pH, botol sampel, tabung reaksi, pengaduk magnet, selang, ember, pompa aquarium, statif dan klem, penangas air, alat sentrifuge, termometer, pengayak 200 mesh, lumpang porselin dan penggerus, oven (Fisher scientific), desikator, labu refluks, hot plate, sonica, kertas saring, timbangan digital (Denver), reaktor kalsinasi dan reduksi, neraca analitik, corong buchner, stopwatch, pressure cooking, wise stirrer, tanur, aluminium foil, press ulir, seperangkat alat titasi, SEM (scanning electron microscopy), XRD dan XRF. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu silika yang disintesis dari Zeolit Alam Ende Flores-NTT, metanol (Merck, aquades, vaseline, AgNO₃ (Merck), CaCO₃ dari endapan air sadah, Asam Asetat 98%, HCl 37% (Merck), NaOH pellet, air bebas ion, minyak biji jarak kepyar, indikator phenolphthalein, minyak goreng dan es batu.

1. Pembuatan Silika

Refluks 200 gram ZAAEF dengan NaOH 750 mL 8 M selama 24 jam. Setelah itu didiamkan lalu dipisahkan/disaring endapan dan filtrat dan diperoleh natrium silikat sebanyak 660 mL, selanjutnya filtrat tersebut diambil sebanyak 440 mL dan dititrasi dengan HCl 2 M hingga pH 7. Titrasi dilakukan sebanyak 2 kali sambil terus diaduk menggunakan magnetik stirrer hingga terbentuk endapan putih, selanjutnya didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam, kemudian disaring dan dicuci menggunakan air bebas ion sebanyak 4x500 mL untuk menghilangkan garam klorida lalu didiamkan dan disaring. Residu padat yang diperoleh dioven pada suhu 80°C selama 24 jam lalu didinginkan kemudian ditimbang. Selanjutnya padatan silika direfluks dengan HCl 1 M sebanyak 750 mL pada suhu 100 °C selama 3 jam lalu didiamkan. Setelah dingin, suspensi disaring kemudian dicuci dengan air bebas ion sampai netral dan bebas dari ion Cl⁻. Lalu suspensi diuji dengan larutan AgNO₃ 0.1 N untuk memastikan apakah suspensi sudah bebas ion Cl⁻. Setelah diperoleh hasil yang netral, maka dipisahkan endapan dari larutan.

Endapan yang sudah netral dimasukkan ke dalam gelas beaker (Vol 1 L) kemudian ditambahkan air bebas ion sampai pada tanda 1 L dan dilanjutkan proses ultrasonikasi selama 4 jam sambil dilakukan pengadukan selama 5 menit dalam selang waktu 30 menit menggunakan pengaduk kaca. Lalu didiamkan selama 24 jam kemudian dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring whatman 42. Padatan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 110 °C selama 12 jam. Setelah itu didinginkan kemudian digerus lalu ditimbang. Serbuk silika tersebut kemudian dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam. Kemudian silika hasil kalsinasi didinginkan lalu digerus sampai halus menggunakan penggerus porselin kemudian ditimbang. Silika ini siap digunakan sebagai pengemban katalis CaO.

2. Sintesis Katalis CaO/SiO₂ Dengan Metode Impregensi Basah

Sebanyak 26,78 gram sampel CaCO₃ ditimbang dan dilarutkan dalam 64 mL asam asetat pada gelas kimia sambil diaduk menggunakan magnetik pengaduk selama 2 jam kemudian ditambahkan air bebas ion sebanyak 186 mL sampai tanda 250 mL sambil distirer selama 1 jam, selanjutnya ditambahkan 15 gram SiO₂ sambil distirer selama 3 jam, kemudian dibiarkan selama 24 jam. Setelah pendiaman 24 jam, campuran kemudian diaduk lagi selama 30 menit lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 6 jam, kemudian didinginkan dan dihaluskan selanjutnya dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam. Setelah proses kalsinasi kemudian didinginkan dan digerus sampai halus lalu ditimbang. Katalis ini merupakan CaO/SiO₂ dengan komposisi 50% SiO₂. Prosedur untuk mensintesis katalis CaO/SiO₂ dengan komposisi SiO₂ 40; 30; 20; dan 10% dilakukan dengan cara yang sama, perbedaannya terletak pada jumlah asam asetat, CaCO₃ dan jumlah SiO₂ yang digunakan.

Analisis morfologi permukaan dilakukan dengan menggunakan instrumen Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectrometer (SEM-EDX) yang bertujuan untuk mendapatkan gambar pada tingkat mikro dengan resolusi yang tinggi serta struktur tiga dimensi dari katalis yang dihasilkan dan untuk mengetahui konsentrasi unsur yang terkandung dalam katalis. Sementara analisis ukuran partikel akan menggunakan software Image-J yang didasarkan pada citra yang dihasilkan oleh SEM.

3. Tahap Transesterifikasi

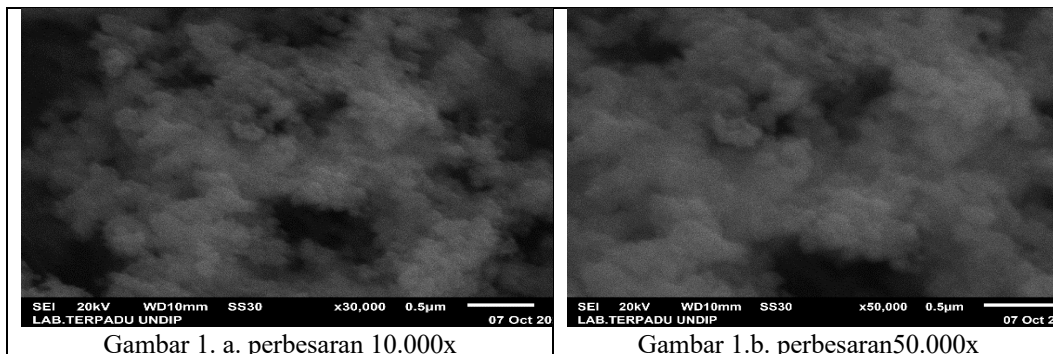
Proses transesterifikasi minyak biji jarak kepyar dilangsungkan dalam reactor berukuran 200 mL. Reactor dilengkapi dengan kondensor, thermometer, magnetic stirrer dan sebuah oil bath. Minyak ditimbang sebanyak 50 gram dan metanol dengan rasio 1:12 (rasio mol minyak : metanol). Kemudian ditambahkan 7% katalis dari berat minyak lalu dipanaskan pada suhu konstan 65 °C. Proses transesterifikasi berlangsung selama 4 jam sambil diaduk terus menerus. Setelah 4 jam reaksi, campuran didinginkan kemudian disentrifugasi selama 30 menit pada kecepatan 700 rpm. Hasil sentrifugasi dimasukan kedalam corong pisah lalu diendapkan selama 24 jam untuk dipisahkan antara gliserol dan metil ester. Setelah 24 jam terbentuk 2 lapisan, yaitu bagian atas corong adalah metil ester (biodiesel) dan bagian bawah corong adalah gliserol. Rendemen merupakan perbandingan berat biodiesel dengan berat minyak awal. Untuk menghitung rendemen biodiesel yang diperoleh digunakan persamaan (1).

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{berat biodiesel}}{\text{berat minyak}} \times 100\% \tag{1}$$

HASIL

A. Hasil Karakterisasi Morfologi Katalis dengan SEM-EDX

1. CaO/SiO₂



Gambar 1. Foto hasil uji SEM katalis CaO/SiO₂ 0%

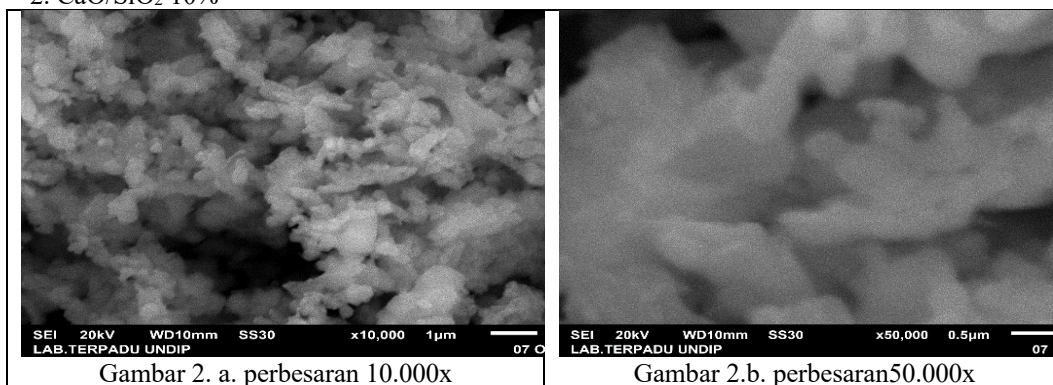
Dari Gambar 1 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata. Pada beberapa tempat juga terlihat partikel putih yang bergerombol membentuk gumpalan. Terjadinya

penggumpalan pada permukaan katalis ini disebabkan karena kurangnya komposisi SiO₂ pada katalis. Dalam hal ini silika berfungsi sebagai pemberi celah antar komponen aktif katalis [14], sehingga berkurangnya komposisi silika dibandingkan dengan CaO menyebabkan terjadinya penggumpalan pada partikel. Hasil analisis partikel dengan *Image-J* menunjukkan bahwa katalis memiliki ukuran partikel 652,91 μm.

Tabel 1. Hasil analisis komposisi unsur-unsur CaO/SiO₂

Nama Sampel Uji	Komponen	Satuan	Nilai Hasil Analisis	Metode Uji
CaO/SiO ₂ 0%	C	% berat	74,31	SEM EDX
	Al ₂ O ₃		0,30	
	CaO		0,02	
	CuO		1,14	

2. CaO/SiO₂ 10%



Gambar 2. Foto hasil uji SEM katalis CaO/SiO₂ 10%

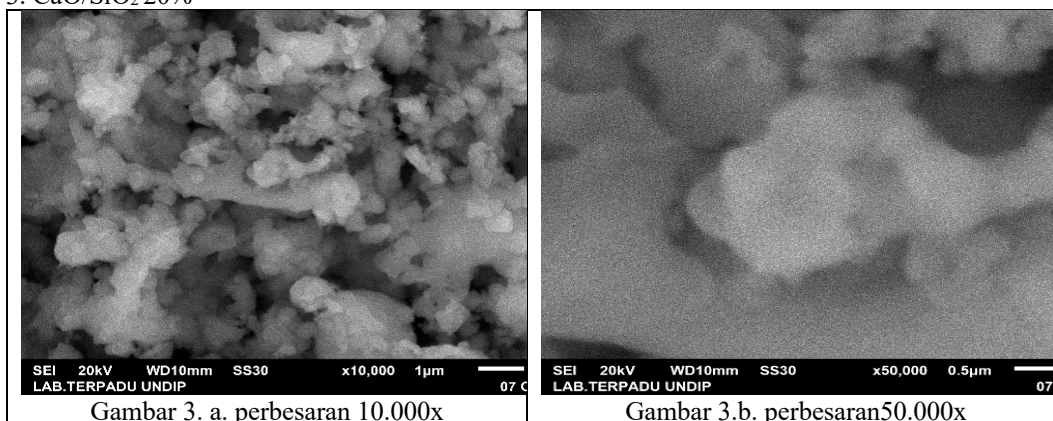
Dari Gambar 2 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata. Pada beberapa tempat terlihat partikel putih yang bergerombol membentuk gumpalan. Terjadinya penggumpalan pada permukaan katalis ini disebabkan karena kurangnya massa CaCO₃ dan komposisi SiO₂ pada katalis. Dalam hal ini silika berfungsi sebagai pemberi celah antar komponen aktif katalis [14], sehingga dengan berkurangnya komposisi silika dibandingkan CaO menyebabkan terjadinya penggumpalan pada partikel. Hasil analisis ukuran partikel menggunakan *Image-J* menunjukkan bahwa katalis memiliki ukuran partikel yang besar yaitu 1024,81 μm. Sedangkan hasil analisis terhadap kandungan unsur pada katalis ditampilkan pada Table 2

Tabel 2. Hasil analisis komposisi unsur-unsur CaO/SiO₂ 10%

Nama Sampel Uji	Komponen	Satuan	Nilai Hasil Analisis	Metode Uji
CaO/SiO ₂ 10%	C	% berat	18,31	SEM EDX
	MgO		1,39	
	Al ₂ O ₃		0,87	
	SiO ₂		34,23	
	CaO		42,57	

Dari tabel 2 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis dominan adalah CaO dan SiO₂. Unsur CaO yang mendominasi menyebabkan terjadinya penggumpalan pada permukaan katalis karena dibandingkan silika CaO memiliki komposisi yang lebih dominan dengan ukuran partikel yang lebih besar.

3. CaO/SiO₂ 20%



Gambar 3. Foto hasil analisis uji SEM katalis CaO/SiO₂ 20

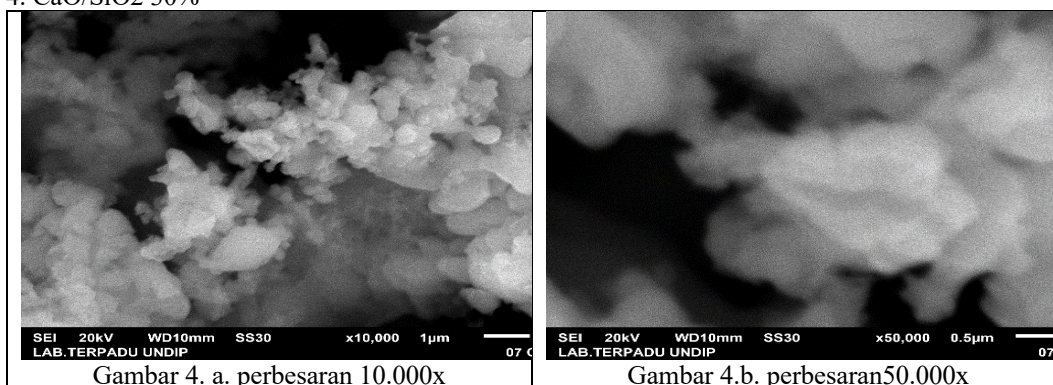
Dari Gambar 3 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata pada beberapa tempat juga terlihat partikel berwarna putih yang masih menggumpal. Namun jika di bandingkan dengan katalis CaO/SiO₂ 10% pada katalis ini partikel yang menggumpal pada permukaan sudah lebih berkurang. Semakin bertambahnya massa CaCO₃ dan komposisi silika sebagai pemberi celah antar partikel menyebabkan semakin berkurangnya partikel yang bergerombol kemudian membentuk gumpalan. Hasil analisis ukuran partikel menggunakan *Image-J* menunjukkan bahwa katalis memiliki ukuran partikel yaitu 955,71 µm. Sedangkan hasil analisis terhadap kandungan unsur pada katalis ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis komposisi unsur-unsur CaO/SiO₂ 20%

Nama Sampel Uji	Komponen	Satuan	Nilai Hasil Analisis	Metode Uji
CaO/SiO ₂ 20%	C	% berat	21,03	SEM EDX
	MgO		1,46	
	Al ₂ O ₃		0,76	
	SiO ₂		21,44	
	CaO		52,35	

Dari tabel 3 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis CaO/SiO₂ 20% adalah unsur penyusun katalis itu sendiri dengan yang paling dominan adalah unsur CaO dan SiO₂.

4. CaO/SiO₂ 30%



Gambar 4 Foto hasil analisis uji SEM katalis CaO/SiO₂ 30%

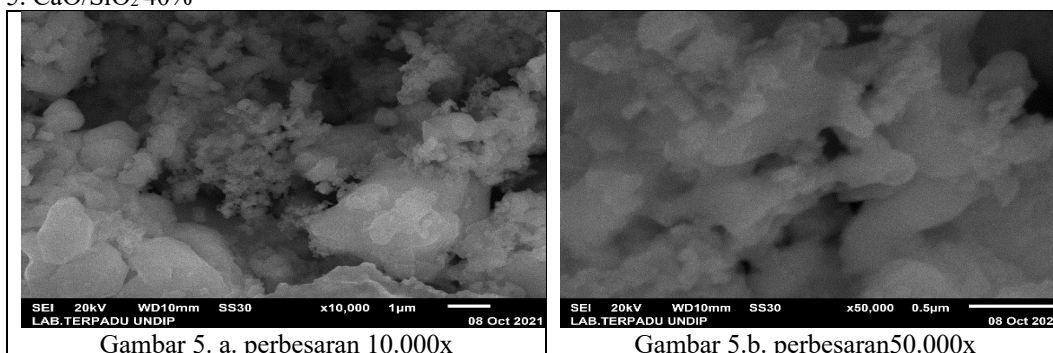
Dari Gambar 4 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata. Pada beberapa tempat juga terdapat partikel yang bergerombol dengan ukuran yang tidak seragam, beberapa partikel dengan ukuran yang lebih besar dan menggumpal. Hasil analisis ukuran partikel menunjukkan katalis memiliki ukuran partikel yaitu 751,94 µm. Sementara hasil analisis unsur dengan EDX ditampilkan pada Tabel 4

Tabel 4 Hasil analisis komposisi unsur-unsur CaO/SiO₂ 30%

Nama Sampel Uji	Komponen	Satuan	Nilai Hasil Analisis	Metode Uji
CaO/SiO ₂ 30%	C	% berat	23.28	SEM EDX
	MgO		1.09	
	Al ₂ O ₃		0.7	
	SiO ₂		32.47	
	CaO		39.1	

Dari Tabel 4 terlihat bahwa unsur yang terdapat pada katalis CaO/SiO₂ 30% adalah unsur penyusun katalis itu sendiri dengan yang paling dominan adalah CaO dan SiO₂.

5. CaO/SiO₂ 40%



Gambar 5. Foto hasil analisis uji SEM katalis CaO/SiO₂ 40%

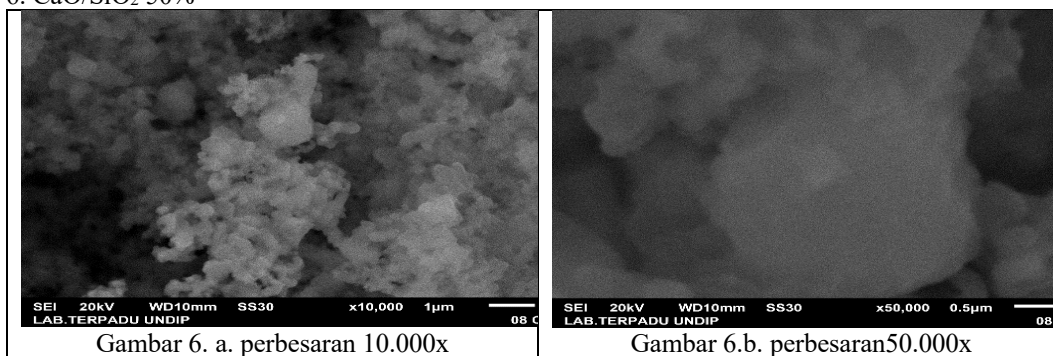
Dari Gambar 5 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar tidak merata dengan ukuran yang tidak seragam beberapa partikel dengan ukuran yang lebih besar dan menggumpal. Namun jika dibandingkan dengan katalis sebelumnya, pada katalis ini partikel yang menggumpal pada permukaan katalis sudah berkurang. Terjadi penggumpalan ini karna kurangnya komposisi silika, dan massa CaCO₃ yang masih sedikit. dalam hal ini silika berfungsi sebagai pemberi celah antar komponen aktif katalis. Hasil analisis ukuran partikel menunjukkan katalis memiliki ukuran partikel yaitu 528,53 μm. Hasil analisis komposisi unsur dengan EDX ditampilkan pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil analisis komposisi unsur CaO/SiO₂ 40%

Nama Sampel Uji	Komponen	Satuan	Nilai Hasil Analisis	Metode Uji
CaO/SiO ₂ 40%	C	% berat	21,12	SEM EDX
	MgO		0,79	
	Al ₂ O ₃		0,72	
	SiO ₂		43,82	
	CaO		30,80	

Dari Tabel 5 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis CaO/SiO₂ 40% adalah unsur penyusun katalis itu sendiri.

6. CaO/SiO₂ 50%



Gambar 6 Foto hasil analisis uji SEM katalis CaO/SiO₂ 50%

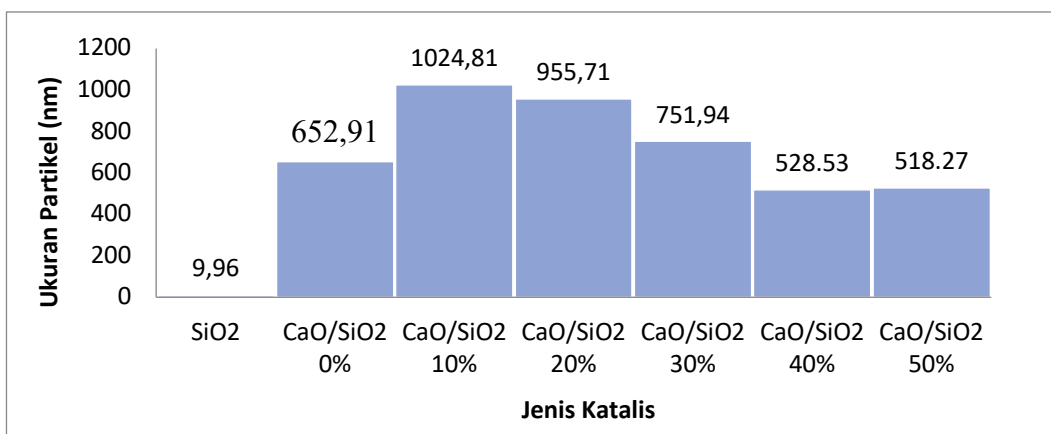
Dari Gambar 6 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar tidak merata dengan ukuran yang tidak. Namun jika dibandingkan dengan katalis sebelumnya, pada katalis ini partikel yang menggumpal pada permukaan katalis sudah lebih berkurang hal ini disebabkan karena banyaknya massa CaCO₃ dan komposisi SiO₂ yang berperan sebagai pemberi celah antar komponen aktif. Hasil analisis ukuran partikel menunjukkan katalis memiliki ukuran partikel yaitu 518,27 μm. Hasil analisis komposisi unsur dengan EDX ditampilkan pada Tabel 6.

Tabel 6 Hasil analisis komposisi unsur CaO/SiO₂ 50%

Nama Sampel Uji	Komponen	Satuan	Nilai Hasil Analisis	Metode Uji
CaO/SiO ₂ 50%	C	% berat	41,83	SEM EDX
	Al ₂ O ₃		0,54	
	SiO ₂		50,15	
	CaO		7,48	

Pada Tabel 6 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis CaO/SiO₂ 50% adalah unsur penyusun katalis itu sendiri. Dengan unsur yang mendominasi adalah unsur CaO dan SiO₂.

B. Hasil Analisis Ukuran Partikel dengan Menggunakan Software Image-J

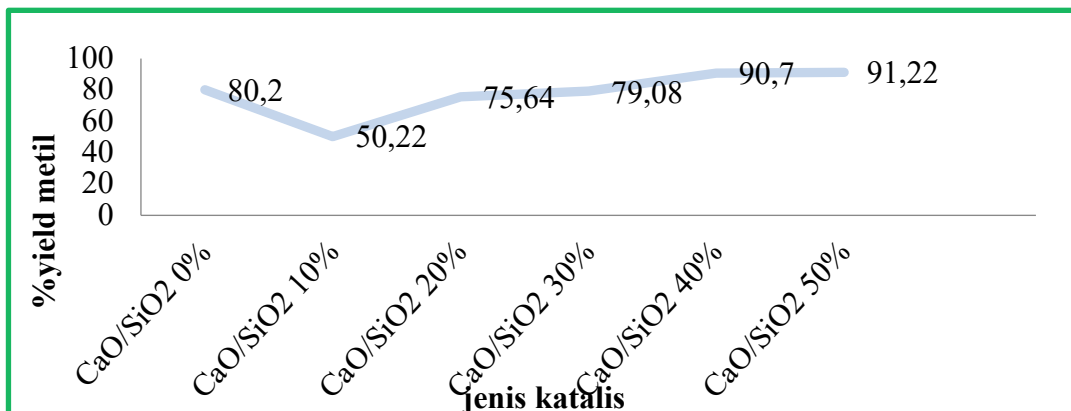


Gambar 7. Grafik hubungan massa CaCO₃ terhadap ukuran partikel katalis

Dalam Gambar 7 terlihat bahwa ukuran partikel terkecil adalah SiO₂ yaitu 9,96 μm sementara CaCO₃ memiliki ukuran partikel yang lebih besar yaitu 652,91 μm. setelah penambahan silika dengan komposisi 10% dan massa CaCO₃ 5,85% katalis yang di hasilkan memiliki ukuran partikel 1024,81 μm. CaCO₃ sendiri memiliki komposisi yang lebih tinggi dibandingkan dengan SiO₂

sehingga tidak terdispersi secara optimal sehingga katalis yang dihasilkan memiliki ukuran partikel yang besar. Kemudian pada penambahan komposisi SiO₂ 20% dan peningkatan massa CaCO₃ sebanyak 12,28% katalis yang dihasilkan memiliki ukuran lebih kecil yaitu 955,71 μm. Selanjutnya pada penambahan komposisi SiO₂ 30% dan peningkatan massa CaCO₃ sebanyak 19,35% katalis yang dihasilkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dari katalis dengan komposisi 10% dan 20% yaitu 751,94 μm. Selanjutnya pada penambahan komposisi 40% SiO₂ katalis yang dihasilkan memiliki ukuran partikel lebih kecil dari katalis dengan komposisi 30% yaitu 528,53 μm. Selanjutnya katalis dengan penambahan SiO₂ 50% katalis dan peningkatan massa CaCO₃ sebanyak 35,90% yang dihasilkan memiliki ukuran partikel paling kecil yaitu 518,27 μm. Terlihat dari setiap katalis dengan penambahan komposisi SiO₂ yang semakin banyak dan peningkatan massa CaCO₃ yang digunakan ukuran partikel dari katalis yang hasilkan semakin kecil, hal ini dikarenakan penambahan dari massa CaCO₃ maka CaO terdistribusi secara merata dengan silika. SiO₂ pada setiap katalis silika berfungsi sebagai pemberi celah antar partikel pada fasa aktif sehingga penambahan silika yang cukup dapat mengurangi partikel CaCO₃ yang akan bergerombol membentuk gumpalan sehingga katalis yang dihasilkan pun memiliki ukuran partikel yang kecil.

C. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar

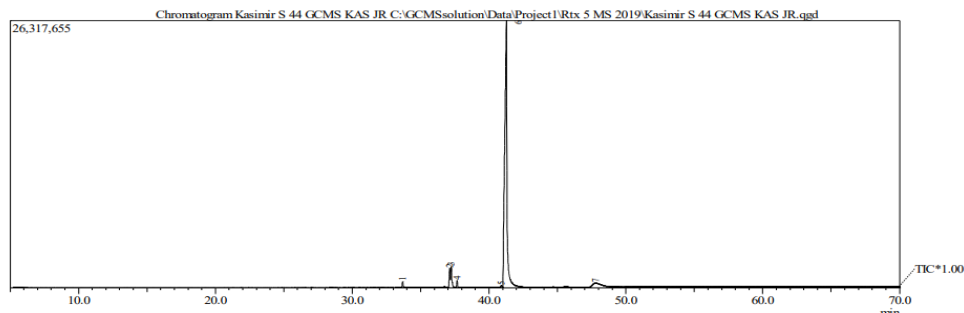


Gambar 8 Grafik hubungan antara massa CaCO₃ dengan %yield metil ester

Dari Gambar 8 terlihat bahwa % yield metil ester pada katalis CaO/SiO₂ 0% 80,2%. dapat dilihat bahwa penambahan massa CaCO₃ pada katalis CaO/SiO₂ juga menurunkan rendemen metil ester yang dihasilkan pada katalis (CaO/SiO₂ 10%). Namun penambahan massa CaCO₃ pada SiO₂ meningkatkan yield metil ester yang diperoleh (20 sampai 50% CaO/SiO₂). Dari data tersebut Semakin besar luas permukaan katalis maka semakin tinggi yield metil ester yang diperoleh. morfologi permukaan katalis yang besar dapat meningkatkan kemungkinan terjadinya kontak dengan molekul reaktan sehingga dapat meningkatkan % yield yang dihasilkan. Gambar 5.8 menunjukkan penurunan hasil rendemen metil ester pada komposisi CaO/SiO₂ 10%. Hal ini dapat disebabkan tertutupnya pori silika oleh CaO sehingga yield metil ester yang diperoleh menurun. Pada katalis CaO/SiO₂ 50% yang memiliki persentasi metil ester yang tertinggi yaitu 91,22% memiliki sisi aktif basa katalis yang lebih besar dibandingkan dengan katalis lainnya sehingga yield metil ester yang didapat meningkat.

D. Analisis Kandungan Senyawa Metil Ester

1. Metil ester katalis CaO/SiO₂ 50%

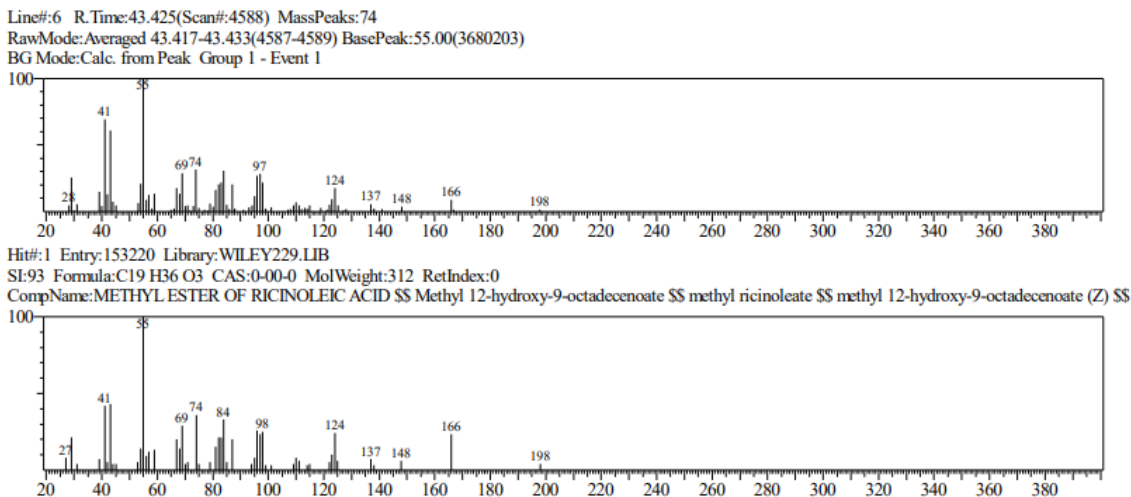


Gambar 9 Kromatogram metil ester dari katalis CaO/SiO₂ 50%

Tabel 7 Hasil analisis GC-MS metil ester dari katalis CaO/SiO₂

Peak	Waktu Retensi	% Area	Nama Senyawa
1	35.821	1.09	Asam stearate
2	39.296	3.85	Asam linoleate
3	39.421	3.04	Asam oktadekanoat
4	39.525	0.36	Asam palmitate
5	39.891	1.14	Asam oleat
6	43.425	90.52	Metil ester dari asam risonelat

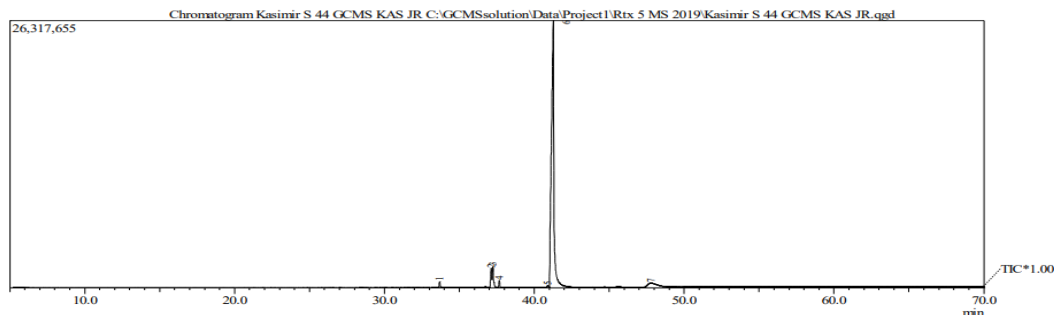
Dari Gambar 9 terlihat 6 puncak yang terdeteksi. Hal ini berarti bahwa terdapat 6 senyawa yang terkandung dalam metil ester minyak jarak kepyar hasil transesterifikasi menggunakan katalis CaO/SiO₂ 50%. Spektrum yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan data WILEY229.LIB dan menunjukkan hasil bahwa senyawa yang terdeteksi adalah senyawa penyusun minyak jarak kepyar yaitu asam stearate pada waktu retensi 35.821, asam linoleate pada waktu retensi 39.296, asam palmitate pada waktu retensi 39.525, asam oleat pada waktu retensi 39.891 dan asam risonelat pada waktu retensi 43.425. Pada kromatogram juga terlihat bahwa spektrum tertinggi adalah peak 6 yang merupakan spektrum dari asam risonelat.



Gambar 10 Kromatogram asam risonelat dari minyak jarak kepyar hasil transesterifikasi katalis CaO/SiO₂ 50%

Dari hasil analisis GC-MS asam risonelat merupakan senyawa yang paling dominan dengan % area yaitu 90.52. Hal ini sama dilaporkn oleh [15] dimana senyawa dengan kandungan tertinggi pada minyak jarak kepyar adalah risonelat [15].

2. Metil ester hasil esterifikasi

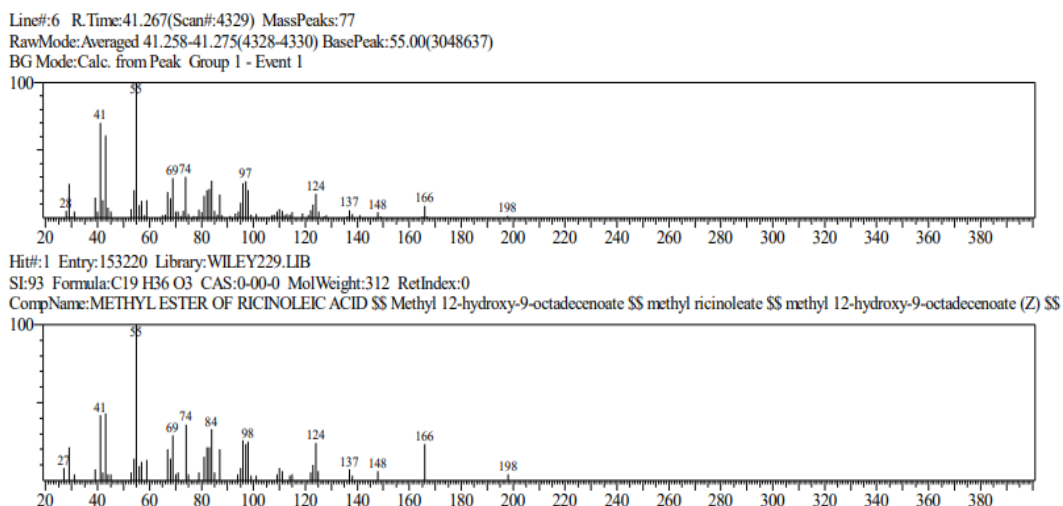


Gambar 11 Kromatogram metil ester reaksi esterifikasi

Dari Gambar 11 terlihat pada kromatogram terdapat 7 puncak yang terdeteksi. Puncak tertinggi adalah puncak ke-6 dengan waktu retensi 41.27. Spektrum yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan data WILEY229.LIB dan senyawa yang terbaca merupakan senyawa yang terkandung dalam minyak jarak kepyar seperti yang dilaporkan [16]. Namun dari hasil analisis juga terdapat senyawa asing yang terkandung dalam metil ester yaitu oktadesenil aldehida pada waktu retensi 47.785 dan asam elaidat yang merupakan isomer trans dari asam oleat dan terbaca pada waktu retensi 40.89.

Tabel 8 Hasil analisis GC-MS metil ester reaksi esterifikasi minyak jarak kepyar

Peak	Waktu Retensi	% Area	Komponen kimia
1	33.688	0.75	Asam stearat
2	37.131	2.68	Asam linoleate
3	37.237	3.24	Asam oleat
4	37.668	0.88	Asam palmitate
5	40.890	0.29	Asam elaidat



Gambar 12 Kromatogram asam risonelat dari minyak jarak hasil esterifikasi.

Puncak ke-6 adalah puncak tertinggi yang terbaca pada waktu retensi 41.270 dan berdasarkan data WILEY229.LIB merupakan puncak dari asam risinoelat. Jumlah senyawa yang terbaca dari hasil GC-MS melalui reaksi esterifikasi ini memiliki jumlah yang lebih banyak dibandingkan dari hasil tranesterifikasi dengan katalis CaO/SiO₂ 50% yang yang berarti terdapat lebih banyak senyawa yang berpotensi menjadi biodiesel.

SIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa pengaruh massa CaCO_3 pada katalis CaO/SiO_2 terhadap morfologi permukaan, ukuran partikel dan rendamen metil ester pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar adalah massa CaCO_3 yang sangat sedikit pada katalis menyebabkan terjadinya penggumpalan pada permukaan katalis. Pada ukuran partikel semakin meningkatnya massa CaCO_3 pada CaO/SiO_2 maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil. massa CaCO_3 yang sangat sedikit menyebabkan katalis tidak terdispersi dengan baik sehingga menghasilkan ukuran partikel yang besar. Sementara pada reaksi transesterifikasi Aktivitas katalitik katalis cenderung meningkat pada CaO/SiO_2 dengan perolehan % yield optimum yang diperoleh pada komposisi CaO/SiO_2 50% yaitu sebesar 91,22%. Peningkatan metil ester disebabkan oleh sisi aktif dari katalis CaO/SiO_2 50% lebih besar dari katalis lainnya sehingga yield metil ester dapat meningkat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] I. Fitriana, Anindhita, A. Sugiyono, L. M. A. Wahid, and Adiarso, *Outlook energi Indonesia 2017: Inisiatif pengembangan teknologi energi bersih*. Jakarta: Pusat Teknologi Sumber Daya Energi dan Industri Kimia., no. October. Jakarta: Pusat Teknologi Sumber Daya Energi dan Industri Kimia (PTSEIK) Center for Technology of Energy Resources and Chemical Industry Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT) Agency for the Assessment and Application of Technology Gedung BPPT II, Lantai 1, 2017.
- [2] K. Noiroj, P. Intarapong, A. Luengnaruemitchai, and S. Jai-In, "A comparative study of $\text{KOH/Al}_2\text{O}_3$ and KOH/NaY catalysts for biodiesel production via transesterification from palm oil," *Renew. Energy*, vol. 34, no. 4, pp. 1145–1150, 2009, doi: 10.1016/j.renene.2008.06.015.
- [3] A. Havendri, "Kaji Rksperimental Presentasi dan Emisi Gas Buang Motor Bakar Diesel Menggunakan Variasi Campuran Bahan Bakar Biodiesel Minyak Jarak (*Jatropha curcas* L) dengan Solar," *J. Tek.*, vol. 1, no. 29, pp. 65–72, 2008, [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/291176140_Kaji_eksperimental_prestasi_dan_emisi_gas_buang_motor_bakar_diesel_menggunakan_variasi_campuran_bahan_bakar_biodiesel_minyak_jarak_Jatropha_curcas_L_dengan_solar_A_performance_test_and_exhaust_emissio.
- [4] G. Corro, U. Pal, and N. Tellez, "Biodiesel production from *Jatropha curcas* crude oil using ZnO/SiO_2 photocatalyst for free fatty acids esterification," *Appl. Catal. B Environ.*, vol. 129, pp. 39–47, 2013, doi: 10.1016/j.apcatb.2012.09.004.
- [5] D. E. López, J. G. Goodwin, D. A. Bruce, and E. Lotero, "Transesterification of triacetin with methanol on solid acid and base catalysts," *Appl. Catal. A Gen.*, vol. 295, no. 2, pp. 97–105, 2005, doi: 10.1016/j.apcata.2005.07.055.
- [6] A. Sivasamy, K. Y. Cheah, P. Fornasiero, F. Kemausoor, S. Zinoviev, and S. Miertus, "Catalytic applications in the production of biodiesel from vegetable oils," *ChemSusChem*, vol. 2, no. 4, pp. 278–300, 2009, doi: 10.1002/cssc.200800253.
- [7] S. Luz Martínez, R. Romero, J. C. López, A. Romero, V. Sánchez Mendieta, and R. Natividad, "Preparation and characterization of CaO nanoparticles/ NaX zeolite catalysts for the transesterification of sunflower oil," in *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2011, vol. 50, no. 5, pp. 2665–2670, doi: 10.1021/ie1006867.
- [8] X. Liu, H. He, Y. Wang, S. Zhu, and X. Piao, "Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst," *Fuel*, vol. 87, no. 2, pp. 216–221, 2008, doi: 10.1016/j.fuel.2007.04.013.
- [9] I. M. Putra and A. Wisnu, "Pembuatan dan Karakterisasi Katalis CaO/Z olit Alam," *J. Media Sains*, vol. 1, no. 1, pp. 138–142, 2017.
- [10] Z. Helwani, M. R. Othman, N. Aziz, J. Kim, and W. J. N. Fernando, "Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: A review," *Applied Catalysis A: General*, vol. 363, no. 1–2, pp. 1–10, 2009, doi: 10.1016/j.apcata.2009.05.021.
- [11] Y. C. Sharma, B. Singh, and S. N. Upadhyay, "Advancements in development and characterization of biodiesel: A review," *Fuel*, vol. 87, no. 12, pp. 2355–2373, 2008, doi: 10.1016/j.fuel.2008.01.014.
- [12] Haryono, C. L. Natanael, Rukiah, and Y. B. Yulianti, "Kalsium oksida mikropartikel dari

- cangkang telur sebagai katalis pada sintesis biodiesel dari minyak goreng bekas,” *J. Mater. dan Energi Indones.*, vol. 8, no. 1, pp. 8–15, 2018.
- [13] Z. Zuhra, H. Husin, F. Hasfita, and W. Rinaldi, “PREPARASI KATALIS ABU KULIT KERANG UNTUK TRANSESTERIFIKASI MINYAK NYAMPLUNG MENJADI BIODIESEL (Preparation of Cockle Shell Powder Catalyst for Transesterification of *Calophyllum inophyllum* L. Oil to Biodiesel),” *J. Agritech*, vol. 35, no. 01, p. 69, 2015, doi: 10.22146/agritech.9421.
- [14] R. K. Widi, *Pemanfaatan Material Anorganik: Pengenalan Dan Beberapa Inovasi Di Bidang Penelitian*. Surabaya: Deepublish, 2018.
- [15] S. Al-Ayubi, “Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak Kepyar (*Ricinus Communis* L.) Melalui Reaksi Transesterifikasi Dengan Variasi Suhu Menggunakan Katalis Koh/Zeolit,” 2019.
- [16] O. Rumape, “Isolasi dan Identifikasi Senyawa Antifeedant Pada Daun Jarak Kepyar (*Ricinus communis* L) Terhadap Serangga (*Epilachna varivestis*),” 2013.
- [17] Banaweng, M. (2020). Pengaruh Komposisi CaO Pada Katalis CaO/SiO₂ terhadap Karakter Luas Permukaan Spesifik, Volume Total Pori, Rerata Jejari Pori Dan Aktivitas Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Kelor. Kupang: Universitas Nusa Cendana.