

**PEMBUATAN KATALIS KOH/CaO
DARI CANGKANG KEONG SAWAH
(*Pila ampullacea*) UNTUK KONVERSI
MINYAK GORENG BEKAS MENJADI
BIODIESEL**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Strata 1 dalam Ilmu Kimia



Oleh:

Muhamad Ulin Nuha

NIM: 1908036018

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG
2023**

**PEMBUATAN KATALIS KOH/CaO DARI CANGKANG KEONG
SAWAH (*Pila ampullacea*) UNTUK KONVERSI MINYAK
GORENG BEKAS MENJADI BIODIESEL**

SKRIPSI

Oleh
MUHAMAD ULIN NUHA
1908036018

**Disusun untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna
Memperoleh Gelar Sarjana Strata 1 dalam Ilmu Kimia**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UIN ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG
2023**

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Muhamad Ulin Nuha
NIM : 1908036018
Program Studi : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini yang berjudul:

PEMBUATAN KATALIS KOH/CaO DARI CANGKANG KEONG SAWAH (*Pila ampullacea*) UNTUK KONVERSI MINYAK GORENG BEKAS MENJADI BIODIESEL

Secara keseluruhan adalah hasil penelitian atau karya sendiri, kecuali bagian tertentu yang dirujuk sumbernya.

Semarang, 11 Agustus 2023
Pembuat Pernyataan,



Muhamad Ulin Nuha

NIM:1908036018

PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : Pembuatan Katalis KOH/CaO dari Cangkang Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) untuk Konversi Minyak Goreng Bekas Menjadi Biodiesel

Penulis : **Muhamad Ulin Nuha**

NIM : 1908036018

Jurusan : Kimia

Telah diujikan dalam sidang tugas akhir oleh Dewan Penguji Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo dan dapat diterima sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia.

Semarang, 11/08/2023

DEWAN PENGUJI

Ketua Sidang

Mulyatun, M.Si.

NIP. 198305042011012008

Sekretaris Sidang

Drs. Achmad Hasmy Hashona, M.A.

NIP. 196403081993031002

Penguji I

Kholidah, M.Sc

NIP. 198508112019032008

Penguji II

Ika Nur Fitriani, M.Sc

NIP. 199303312019032018

Pembimbing I

Mulyatun, M.Si.

NIP. 19830504 201101 2008

Pembimbing II

Drs. Achmad Hasmy Hashona, M.A.

NIP. 196403081993031002

NOTA DINAS

Semarang, 2 Agustus 2023

Yth. Ketua Program Studi Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : Pembuatan Katalis KOH/CaO dari Cangkang Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) untuk Konversi Minyak Goreng Bekas Menjadi Biodiesel

Penulis : Muhamad Ulin Nuha

NIM : 19080360018

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang untuk diajukan dalam Sidang Munaqosah.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Pembimbing I,



Mulyatun, M.Si.
NIP. 198305042011012008

NOTA DINAS

Semarang, 2 Agustus 2023

Yth. Ketua Program Studi Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : Pembuatan Katalis KOH/CaO dari Cangkang Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) untuk Konversi Minyak Goreng Bekas Menjadi Biodiesel

Penulis : Muhamad Ulin Nuha

NIM : 19080360018

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang untuk diajukan dalam Sidang Munaqosah.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Pembimbing II,



Drs. Achmad Hasmy Hashona, M.A
NIP. 198305042011012008

ABSTRAK

Biodiesel dapat menjadi solusi alternatif bahan bakar pengganti bahan bakar dari minyak bumi. Minyak goreng bekas dapat dikonversi menjadi biodiesel melalui proses transesterifikasi. Cangkang keong sawah disintesis menjadi katalis CaO untuk digunakan sebagai katalisator dari proses konversi biodiesel. Katalis CaO dimodifikasi dengan padatan KOH menjadi katalis KOH/CaO untuk meningkatkan kinerja katalis. Hasil karakterisasi XRD katalis CaO dan KOH/CaO menunjukkan puncak khas CaO muncul pada 2θ 31,418°; 35,967°; 57,396°; 64,635°. Adapun karakterisasi katalis menggunakan instrument XRF menunjukkan kandungan CaO pada katalis hasil sintesis sebesar 55,5%. Hasil analisis karakterisasi FT-IR menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 540,24; 560,42; 554,16 cm^{-1} yang merupakan vibrasi dari ikatan Ca-O. Perlakuan impregnasi menggunakan padatan KOH terhadap katalis CaO tidak merubah struktur katalis CaO. Sintesis biodiesel melalui proses transesterifikasi dilakukan selama 3 jam dengan temperatur 60°C. Hasil biodiesel terbaik dalam penelitian ini yaitu biodiesel dengan katalis 15% KOH/CaO dimana yield biodiesel yang dihasilkan sebesar 82,48%. Katalis 15% KOH/CaO memiliki nilai kebasaan yang tinggi dibandingkan dengan katalis CaO maupun 10% KOH/CaO. Hal inilah yang menyebabkan aktivitas katalis 15% KOH/CaO paling tinggi. Biodiesel yang dihasilkan katalis 15% KOH/CaO memiliki nilai konversi FFA dan bilangan asam sebesar 54,762% dan 54,561%, densitas sebesar 0,854 g/cm³ dan viskositas 4,64 cSt.

Kata Kunci: *Biodiesel, Minyak goreng bekas, Katalis KOH/CaO, Cangkang keong sawah.*

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Alhamdulilah, puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan karuniaNya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini sebagaimana mestinya. Shalawat serta salam selalu tercurah kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW.

Skripsi dengan judul "**PEMBUATAN KATALIS KOH/CaO DARI CANGKANG KEONG SAWAH (*Pila ampullacea*) UNTUK KONVERSI MINYAK GORENG BEKAS MENJADI BIODIESEL**" disusun untuk memenuhi syarat guna memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.

Penulis menyadari bahwa dalam pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi tentunya tidak lepas dari dukungan, arahan, bimbingan, serta motivasi dari banyak pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Imam Taufiq, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Walisongo Semarang.

2. Dr. Ismail, M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi.
3. Dr. Hj. Malikhatul Hidayah, S.T., M. Pd selaku Ketua Jurusan Kimia.
4. Mulyatun, M.Si, selaku dosen pembimbing 1 yang selalu memberikan bimbingan, ilmu, pengalaman, saran dan masukan, serta dukungan kepada penulis selama waktu penelitian dan penulisan skripsi.
5. Drs. Achmad Hasmi Hashona, M.A selaku dosen pembimbing yang selalu memberikan bimbingan, saran dan masukan, serta dukungan kepada penulis selama penelitian dan penulisan skripsi.
6. Dyah Fitiasari, M.Si, selaku wali dosen yang selalu memberikan masukan, ilmu dan pengalaman serta dukungan kepada penulis selama waktu studi di UIN Walisongo Semarang.
7. Seluruh dosen Kimia yang telah memberikan ilmu pengetahuan dan pengalaman beharga kepada penulis.
8. Kedua orang tua penulis, Bapak Rapuan dan Ibu Mualimah serta keluarga penulis yang senantiasa memberikan dukungan moril dan materil, serta doa sepanjang hari.
9. Rekan seperjuangan mahasiswa Kimia terkhusus angkatan 2019 yang telah menemani dan berjuang

bersama selama penulis berkuliahan di UIN Walisongo Semarang.

10. Semua pihak-pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu yang telah membantu dan berkontribusi dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan dan jauh dari kesempurnaan. Penulis berharap memperoleh saran dan masukkan dari semua pihak sehingga penulis dapat memperbaiki dalam penulisan berikutnya. Penulis juga berharap semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat bagi orang lain tidak hanya untuk penulis, *Aamiin Aamiin Ya Rabbal 'Alamin.*

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Semarang, 24 Juli 2023



**Muhamad Ulin Nuha
NIM:1908036018**

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN KEASLIAN.....	ii
PENGESAHAN	iii
NOTA DINAS.....	iv
NOTA DINAS.....	v
ABSTRAK.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah	7
C. Tujuan Penelitian	7
D. Manfaat Penelitian	8
BAB II LANDASAN TEORI DAN KAJIAN PUSTAKA	9
A. Landasan Teori	9
1. Keong Sawah (<i>Pila ampullacea</i>)	9
2. Minyak Goreng Bekas	10
3. Biodiesel	12
4. Katalis	14
5. Katalis CaO.....	17
6. Reaksi Transesterifikasi.....	19
7. Karakterisasi Katalis	23
B. Kajian Pustaka.....	30

1. Kajian Riset Terdahulu.....	30
2. Hipotesis.....	32
BAB III METODE PENELITIAN	34
A. Alat dan Bahan	34
1. Alat.....	34
2. Bahan.....	34
B. Prosedur Penelitian.....	35
1. <i>Pretreatment</i> Sampel Minyak Goreng Bekas	35
2. Sintesis Katalis CaO.....	35
3. Sintesis Katalis KOH/CaO 10 % dan 15 % Secara Impregnasi.....	36
4. Karakterisasi Katalis	37
5. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas	38
6. Analisis Produk Biodiesel.....	40
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	43
A. Sintesis Katalis CaO dari Cangkang Keong Sawah (<i>Pila ampullacea</i>)	43
B. Karakterisasi Katalis CaO, 10% KOH/CaO dan 15 % KOH/CaO.....	47
C. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Reaksi Transesterifikasi.....	56
D. Analisis Hasil Biodiesel.....	60
BAB V PENUTUP	89
A. Kesimpulan	89
B. Saran.....	90
DAFTAR PUSTAKA	91
LAMPIRAN	101

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Karakteristik CaCO ₃	10
Tabel 2.2.	Karakteristik Fisika dan Kimia Minyak Goreng Bekas	12
Tabel 2.3.	Hasil Uji Kekuatan Basa Katalis	30
Tabel 4.1.	Komponen Senyawa Penyusun Katalis CaO	49
Tabel 4.2.	Komponen unsur Penyusun Katalis CaO	50
Tabel 4.3.	Nilai Kebasaan Katalis	55
Tabel 4.4.	Hasil Uji GC-MS Biodiesel	61
Tabel 4.5.	Nilai Yield Biodiesel	62
Tabel 4.6.	Nilai Konversi, kadar FFA dan Kadar Bilangan Asam Biodiesel	85
Tabel 4.7.	Nilai Densitas Biodiesel	86
Tabel 4.8.	Nilai Viskositas Biodiesel	88

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Keong Sawah	9
Gambar 2.2.	Reaksi Transesterifikasi	21
Gambar 2.3.	Difraktogram XRD Katalis Cangkang Keong Sawah	25
Gambar 2.4.	Analisa XRF Katalis dari Cangkang Keong Sawah	27
Gambar 2.5.	Pola spektra Inframerah katalis CaO, SrO dan SrO/CaO	28
Gambar 4.1.	Pola Difraktogram Sinar-X Katalis	47
Gambar 4.2.	Spektrum XRF Katalis CaO	52
Gambar 4.3.	Pola Spektrum Inframerah Katalis	53
Gambar 4.4.	Reaksi Pembentukan Metil Ester	59
Gambar 4.5.	Kromatogram Biodiesel-CaO	64
Gambar 4.6.	Kromatogram Biodiesel-10% KOH/CaO	65
Gambar 4.7	Kromatogram Biodiesel-15% KOH/CaO	66
Gambar 4.8	Spektrum MS Metil Laurat	67
Gambar 4.9	Dugaan Fragmentasi Metil Laurat	68
Gambar 4.10	Spektrum MS Metil Miristat	69
Gambar 4.11	Dugaan Fragmentasi Metil Miristat	70
Gambar 4.12	Spektrum MS Metil Palmitat	71
Gambar 4.13	Dugaan Fragmentasi Metil Palmitat	72
Gambar 4.14	Spektrum MS Metil Stearat	73
Gambar 4.15	Dugaan Fragmentasi Metil Stearat	73
Gambar 4.16	Spektrum MS Metil Oleat	74
Gambar 4.17	Dugaan Fragmentasi Metil Oleat	75
Gambar 4.18	Spektrum MS Metil Linoleat	75
Gambar 4.19	Dugaan Fragmentasi Metil Linoleat	76
Gambar 4.20	Spektrum MS Metil Linolelaidat	77
Gambar 4.21	Dugaan Fragmentasi Metil Linolelaidat	78
Gambar 4.22	Spektrum MS Metil Eikosanoat	79
Gambar 4.23	Dugaan Fragmentasi Metil Eikosanoat	80

Gambar 4.24	Spektrum MS Metil 11, 14 Eikosadienoat	81
Gambar 4.25	Dugaan Fragmentasi Metil 11, 14 Eikosadienoat	82
Gambar 4.26	Spektrum MS Metil 7 Oktadekenoat	83
Gambar 4.27.	Dugaan Fragmentasi Metil 7 Oktadekenoat	83

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran I.	Diagram Alir Prosedur Kerja	97
Lampiran II.	Dokumentasi Penelitian	106
Lampiran III.	Analisis Perhitungan	113

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Simpanan bahan bakar berbahan dasar fosil mengalami penurunan secara signifikan di setiap tahun dan diperkirakan dalam beberapa dekade ke depan akan habis. Hal ini berbanding terbalik dengan tingginya permintaan dan penggunaan bahan bakar fosil di setiap negara (Kuncahyo et al., 2013). Bahan bakar fosil ini semakin menipis dikarenakan fosil tergolong sumber daya alam yang tak dapat diperbarui. Jenis sumber daya ini memiliki kapasitas tertentu sehingga saat digunakan secara berkepanjangan persediaannya akan segera habis, maka produksi pengolahan dan penggunaannya tidak dilakukan dengan berlebihan (Darmanto et al., 2006). Sumber energi alternatif yang dapat diperbarui diperlukan sebagai upaya dalam memenuhi lonjakan permintaan dan mengurangi ketergantungan dengan bahan bakar fosil (Astra, 2010).

Eksplorasi bahan bakar berbahan dasar fosil tidak boleh dilakukan secara berlebihan. Allah SWT telah menempatkan manusia di bumi untuk menjadi khalifah dan dapat memanfaatkan segala sesuatu yang ada di bumi. Namun, pemanfaatan yang dilakukan

haruslah berhati-hati, direncanakan dan dikelola dengan baik. Pemanfaatkan sumber daya alam dilakukan dengan pengelolaan yang tepat dan memperhatikan analisis dampak lingkungan serta tidak dilakukan secara berlebih-lebihan. Tanggung jawab kita sebagai manusia adalah mengolah bumi dengan memanfaatkan sumber energi secara bijaksana, melestarikan lingkungan, dan berinovasi teknologi untuk mengembangkan sumber energi terbarukan (Amin, 2016). Tindakan berlebih-lebihan ini disebut dalam al-Quran QS. Al-An'am : 141

وَهُوَ الَّذِي أَنْشَأَ جِبْرِيلَ مَعْرُوشَتٍ وَغَيْرَ مَعْرُوشَتٍ وَالنَّحْلَ وَالزَّرْعَ مُخْتَلِفًا
أَكْلَهُ وَالرَّبِيعُونَ وَالرُّمَانَ مُتَشَابِهًا وَغَيْرُ مُتَشَابِهٖ كُلُّوا مِنْ ثَمَرَةٍ إِذَا اثْمَرَ
وَأَثُوا حَقَّهُ يَوْمَ حَصَادِهِ وَلَا تُسْرُفُوا إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِينَ

Artinya: “Dan Dialah yang menjadikan tanaman-tanaman yang merambat dan yang tidak merambat, pohon kurma, tanaman yang beraneka ragam rasanya, zaitun dan delima yang serupa (bentuk dan warnanya) dan tidak serupa (rasanya). Makanlah buahnya apabila ia berbuah dan berikanlah haknya (zakatnya) pada waktu memetik hasilnya, tapi janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebihan.” (Al-An'am : 141)

Energi alternatif yang mulai gencar diproduksi yaitu biodiesel. Biodiesel termasuk senyawa ester

monoalkil yang dapat diperoleh melalui reaksi esterifikasi maupun transesterifikasi asam-asam lemak rantai panjang dan alkohol menggunakan bantuan katalis (Sartika et al., 2015). Biodiesel berasal dari bahan baik tumbuhan maupun hewan sehingga ramah lingkungan dan dapat diperbarui. Dengan melimpahnya sumber daya alam yang tersedia, tentunya sumber energi ini memiliki prospek masa depan yang menjanjikan untuk dikembangkan. Pengembangan produksi biodiesel telah memungkinkan pemanfaatan sumber daya yang tersedia termasuk dalam bentuk minyak goreng bekas sebagai bahan utama (H. Santoso et al., 2013).

Minyak goreng bekas berasal dari bekas minyak goreng yang telah digunakan secara terus menerus dengan ciri-ciri memiliki warna coklat kehitaman. Minyak ini tidak dapat digunakan lagi karena memiliki kandungan senyawa yang berbahaya dan mengganggu kesehatan tubuh seperti keracunan, kanker dan lain sebagainya. Minyak goreng bekas memiliki kandungan asam lemak dan menghasilkan gugus peroksida. Gugus peroksida dengan jumlah besar terdapat di dalam tubuh mengakibatkan adanya kanker. Oleh karena itu lebih baik minyak goreng bekas

ini diolah menjadi biodiesel daripada terus menerus dikonsumsi dan dapat membahayakan tubuh serta jika dibuang tanpa diolah dapat mencemari lingkungan. Pengolahan minyak goreng bekas menjadi biodiesel dapat menggunakan bantuan katalis (Prasetyo, 2018).

Katalis digunakan untuk menurunkan energi aktivasi agar mengurangi waktu pembuatan biodiesel (Oko & Feri, 2019). Dalam pembuatan biodiesel yang berasal dari minyak goreng bekas ini diperlukan bantuan katalis CaO. Penggunaan katalis CaO dan minyak nabati bermutu tinggi tidak ekonomis. Hal ini menyebabkan perlunya mencari alternatif sumber CaO dari alam yang ekonomis dan mudah didapatkan. Penggunaan minyak goreng bekas sebagai bahan baku biodiesel juga merupakan alternatif yang bisa dilakukan agar produksi biodiesel lebih murah sehingga dimanfaatkan minyak goreng bekas dan cangkang keong sawah sebagai solusi dalam produksi biodiesel.

Salah satu alternatif sumber katalis CaO yang potensial adalah cangkang keong sawah. Keong sawah belum dimanfaatkan secara maksimal dan cangkangnya menjadi limbah buangan yang merusak lingkungan dan menimbulkan bau busuk saat dibuang

sembarangan. Cangkang keong sawah mempunyai kandungan mineral yang paling utama yakni kalsium karbonat, besi, magnesium, kalium, dan fosfor. Kalsium karbonat pada cangkang keong sawah menjadi kandungan paling besar dibanding yang lain (Delvita et al., 2015). Untuk membuat katalis ini dilakukan proses kalsinasi dari CaCO_3 menjadi CaO yang membutuhkan suhu tinggi agar mendapatkan katalis yang benar-benar murni (Oko & Feri, 2019). Katalis CaO yang berasal dari bahan alami menghasilkan rendemen produk yang baik dan efektif dalam mengkatalisasi reaksi transesterifikasi minyak nabati dengan mutu tinggi murni.

Beberapa penelitian berusaha meningkatkan aktivitas katalitik CaO dalam reaksi transesterifikasi seperti dekomposisi hidrasi CaO menghasilkan biodiesel yang tinggi dicapai dalam waktu cepat karena peningkatan aktivitas katalitik katalis CaO terhidrasi. Katalis CaO terhidrasi memiliki ukuran partikel yang lebih kecil sehingga meningkatkan luas permukaan katalis yang pada gilirannya meningkatkan aktivitas katalitik katalis dalam produksi biodiesel. Proses hidrasi-dehidrasi memiliki efek yang kuat pada kristalinitas dan ukuran kristal katalis (Erchamo et al.,

2021). Hal ini terkait dengan evolusi molekul air, yang dikeluarkan dari kisi selama kalsinasi sampel terhidrasi diperkirakan akan memecah kristalit. Ini sangat mengurangi kristalinitas dan ukuran kristal sehingga luas permukaan meningkat (Yoosuk et al., 2010). Selama hidrasi, CaO diubah menjadi Ca(OH)_2 kemudian, setelah dehidrasi diperoleh CaO yang memiliki nilai kebasaan tinggi. Hal ini terkait dengan fakta bahwa kekuatan basa dan reaktivitas CaO bergantung pada prekursornya. Jadi, CaO diperoleh dari Ca(OH)_2 memiliki karakteristik basa yang kuat daripada yang diperoleh dari CaCO_3 (Erchamo et al., 2021).

Selain proses hidrasi CaO, pendekatan yang efektif untuk meningkatkan aktivitas katalitik katalis CaO yaitu menambahkan KOH pada permukaan katalis CaO menggunakan metode impregnasi. Pori-pori katalis akan dimasukan prekursor, diikuti dengan pengadukan dan pemanasan, sehingga mempengaruhi nilai kebasaan, luas permukaan serta komposisi katalis CaO. Proses impregnasi akan menaikkan nilai kebasaan katalis dikarenakan infiltrasi KOH di pori-pori katalis yang mengakibatkan peningkatkan kebasaan katalis. Semakin tinggi konsentrasi KOH yang ditambahkan

saat proses impregnasi, semakin tinggi alkalinitas/kebasaan katalis yang ditambahkan saat proses impregnasi, menyebabkan semakin tinggi kebasaan dari katalis (Oko & Feri, 2019).

Biodiesel pada penelitian ini akan diproduksi dari minyak goreng bekas dengan menggunakan katalis CaO dari keong sawah yang di impregnasi KOH. Katalis KOH/CaO diharapkan memiliki kebasaan yang lebih tinggi daripada katalis CaO yang pada akhirnya mampu mengubah aktivitas katalitik pada produk biodiesel dari minyak goreng bekas.

B. Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakteristik dari katalis KOH/CaO dari keong sawah hasil sintesis?
2. Bagaimana performa aktivitas katalitik katalis KOH/CaO dari keong sawah pada produksi biodiesel dari minyak goreng bekas?

C. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakteristik dari katalis KOH/CaO dari keong sawah hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui performa aktivitas katalitik katalis KOH/CaO dari keong sawah pada produksi biodiesel dari minyak goreng bekas.

D. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu adanya peningkatan nilai ekonomis keong sawah dan minyak goreng bekas sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel.

BAB II

LANDASAN TEORI DAN KAJIAN PUSTAKA

A. Landasan Teori

1. Keong Sawah (*Pila ampullacea*)

Keong sawah (*Pila ampullacea*) yaitu sejenis siput air tawar yang banyak dijumpai di sawah, parit serta danau. Keong sawah mempunyai cangkang dengan bentuk membundar dan berwarna hijau pekat serta garis hitam untuk melindungi tubuhnya yang lunak dari predator. Keong sawah belum dimanfaatkan secara maksimal dan cangkangnya menjadi limbah buangan yang merusak lingkungan dan menimbulkan bau busuk saat dibuang sembarangan (Delvita et al., 2015). Pada gambar 2.1 menunjukkan gambar dari keong sawah.



Gambar 2.1 Keong Sawah

Cangkang keong sawah mempunyai kandungan mineral yang paling utama yakni

kalsium karbonat, besi, magnesium, kalium, dan fosfor. Kalsium karbonat menonjol sebagai yang paling banyak terkandung dan murni dari semua mineral nano-silikat dengan ciri kalsium karbonat berwarna putih dan formula molekuler CaCO_3 (Delvita et al., 2015). Karakteristik dari CaCO_3 ditunjukkan pada tabel 2.1.

Tabel 2.1.Karakteristik CaCO_3 dari Cangkang Keong Sawah (Delvita et al., 2015)

Karakteristik	Nilai
% Kalsium	40,04%
% karbon	12%
% oksigen	47,96%
% CaO	56,03%
% CO_2	43,97%
Massa jenis	2,8 g/cm ³
Titik lebur	82°C

2. Minyak Goreng Bekas

Penggunaan minyak kelapa sebagai pembuatan bahan baku minyak minyak biodiesel kurang disukai karena harganya yang mahal serta dapat terjadi persaingan dengan bahan pangan. Minyak goreng bekas digunakan sebagai bahan alternatif untuk menekan biaya produksi namun kualitas produk biodiesel yang dihasilkan bagus serta tidak menimbulkan persaingan dengan bahan pangan (Prasetyo, 2018).

Minyak goreng bekas adalah minyak goreng yang telah digunakan secara terus menerus dengan ciri-ciri memiliki warna coklat kehitaman. Minyak ini tidak dapat digunakan lagi karena memiliki kandungan senyawa yang berbahaya dan mengganggu kesehatan tubuh seperti keracunan, kanker dan lain sebagainya. Minyak goreng bekas memiliki kandungan asam lemak dan menghasilkan gugus peroksida. Saat gugus peroksida dengan jumlah besar terdapat didalam tubuh mengakibatkan adanya kanker. Oleh karena itu lebih baik minyak goreng bekas ini diolah menjadi biodiesel daripada terus menerus dikonsumsi dan dapat membahayakan tubuh serta jika dibuang tanpa diolah dapat mencemari lingkungan. Pengolahan minyak goreng bekas menjadi biodiesel dapat menggunakan bantuan katalis. Penggunaan minyak goreng bekas untuk disintesis menjadi biodiesel dikarenakan bahan tersebut mempunyai karakteristik yang kurang lebih sama dengan minyak kelapa. Minyak goreng bekas dapat dicari ditempat penjual makanan gorengan, pengepul maupun dengan menyisihkan secara mandiri

(Prasetyo, 2018). Karakteristik fisika dan kimia minyak goreng bekas ditunjukkan pada tabel 2.2.

Tabel 2.2. Karakteristik Fisika dan Kimia Minyak Goreng Bekas (Raqeeb & Bhargavi, 2019)

No	Sifat	Satuan	Nilai
1	Kerapatan	g/cm ³	0,91-0,924
3	Angka penyabunan	mgKOH/g	188,2-207
4	Angka asam	mgKOH/g	1,32-3,6
5	Bilangan iod	gl ₂ /100g	83-141,5

3. Biodiesel

Biodiesel merupakan senyawa mono-alkil yang berupa metil ester dari asam lemak rantai panjang berupa bahan bakar dari tumbuhan maupun hewan. Produksi minyak biodiesel dapat dilakukan dengan transesterifikasi trigliserida menggunakan bantuan alkohol dan katalis. Biodiesel memiliki berat molekul cairan organik yang rendah dan dapat di terapkan pada kendaraan. Hal ini dikarenakan biodiesel mempunyai persamaan molekul yang besar dengan bahan bakar dari fosil sehingga memiliki prospek yang besar. Selain itu, biodiesel memiliki kandungan sulfur, aromatik, tidak beracun dan titik nyala serta biodegradabilitas yang lebih bagus dibanding bahan solar. Untuk memproduksi biodiesel membutuhkan

bantuan katalis asam maupun basa untuk menurunkan energi aktivasi reaksi. Namun, katalis basa memiliki keunggulan lebih dikarenakan katalis basa reaksinya lebih cepat dengan adanya pengaruh tekanan dan temperatur (Saka & Kusdiana, 2001).

Biodiesel yang diproduksi tidak menyuplai gas CO₂ dan sulfur ke atmosfer bumi serta hanya menghasilkan lebih sedikit gas polutan dibanding dengan solar. Untuk menghasilkan biodiesel dapat dilakukan dengan beberapa cara diantaranya mikroemulsi, transesterifikasi, blending dan pirolisis. Namun yang paling sering digunakan adalah proses transesterifikasi karena produk biodiesel yang dihasilkan dapat langsung digunakan maupun dicampurkan (Miao & Wu, 2005). Biodiesel hasil transesterifikasi setelah di treatment, dianalisis dengan kemungkinan variasi katalisis asam dan basa, katalisis enzimatik serta teknik konversi non-katalitik. KOH menjadi katalisis basa yang paling sering digunakan di perindustrian pada proses transesterifikasi biodiesel dari minyak goreng bekas (Daniel et al., 2013).

Biodiesel memiliki keunggulan serta kekurangan tersendiri diantaranya:

a) Keunggulan

- Bahan pembuatan mudah didapat
- Mudah terdegradasi
- Memiliki nilai ekonomis dan melimpah
- Produksinya lebih mudah dan singkat
- Tidak mengandung logam berat seperti senyawa aromatik serta zat sulfur.

b) Kekurangan

- Rentan mengalami pembekuan di temperatur kurang lebih 10 °C
- Energi pembakaran yang dihasilkan lebih rendah daripada solar
- Sanggup melarutkan zat pengotor sehingga dapat mengganggu kinerja mesin diesel
(Lutfhi, 2009).

4. Katalis

Katalis merupakan zat yang mengurangi energi aktivasi reaksi kimia, memfasilitasi terjadinya reaksi kimia yang lebih cepat dengan meningkatkan kecepatan reaksi kimia. Katalis menjadi bahan untuk mempersingkat reaksi melalui penurunan energi aktivasi melalui beberapa cara seperti: peningkatan suhu, konsentrasi reaksi maupun tekanan parsial untuk mengoptimalkan

terjadinya tumbukan antar reaktan dan energi aktivasi. Katalis berfungsi meningkatkan dan mempersingkat laju reaksi karena memiliki kemampuan untuk berikanan minimal dengan sebuah molekul reaktan agar mendapatkan senyawa yang lebih aktif namun tidak ikut bereaksi serta tidak membangkitkan karakteristik termodinamika reaksi, diakibatkan:

- Katalis tak berpengaruh terhadap arah kesetimbangan reaksi.
- Katalis meningkatkan kecepatan reaksi baik dari reaktan ke produk maupun dari produk ke reaktan.
- Katalis meningkatkan kecepatan reaksi dalam memperoleh kesetimbangan.

Katalis merupakan esensi yang dapat mempengaruhi laju reaksi namun produk yang dihasilkan tidak memperoleh perubahan pada kesetimbangan. Peningkatan laju reaksi yang terjadi diakibatkan peralihan mekanisme reaksi demi menghasilkan produk yang ingin dicapai. Oleh karena itu adanya katalis ini memberikan pengaruh besar terhadap hasil yang ingin diperoleh (A. A. Santoso & Dewi, 2015).

Katalis terbagi dalam 2 kelompok yakni homogen serta heterogen. Katalis homogen yaitu katalis antara fasa dengan reaktan-nya sama. Katalis-katalis homogen biasanya memiliki suasana asam seperti HNO_3 , HCl serta H_2SO_4 . Kelebihan dari katalis homogen terletak pada tidak mudah terkontaminasi dengan zat pengotor dan semua molekulnya aktif menjalankan fungsinya dalam menurunkan energi aktivasi. Sementara kelemahannya adalah rumit saat akan dipisahkan dan mudah mengalami penguraian pada suhu tinggi. Katalis yang kedua adalah katalis heterogen yakni katalis dengan fasa terhadap senyawa pereaktan tidak sama. Katalis-katalis heterogen yang sering digunakan biasanya memiliki suasana basa seperti zeolit. Kelebihan dari katalis heterogen yaitu mudah di pisahkan dari reaksi, namun kekurangannya saat katalis jenuh, reaksi yang terjadi akan terhenti namun dapat diatasi dengan meregenerasi (Praputri et al., 2018).

Katalis ideal pada reaksi tertentu harus terikat spesi yang bereaksi tidak terlalu kuat dan tidak terlalu lemah. Pengembangan katalis diwujudkan melewati perangkat yang berbeda dari

sifat fundamental seperti reaktivitas katalis homogen dalam faktor sterik atau elektronik. Analisis energi dan bentuk orbital molekul terisi tertinggi sesuai analisis HOMO-LUMO. Standar ini sebagian tidak cocok dalam reaktivitas katalis heterogen yang biasanya tidak terdapat ligan besar yang mengakibatkan sterik yang cukup signifikan terhadap penolakan. Energi dari keadaan elektronik yang terisi tertinggi juga biasa ditemukan sebagai descriptor sub optimal dari struktur elektronik katalis heterogen. Reaktivitas dari katalis heterogen digambarkan lewat kekuatan ikatan berbagai atom, biasanya C atau O dengan katalis (Falivene et al., 2018).

5. Katalis CaO

Katalis digunakan untuk menurunkan energi aktivasi agar mengurangi waktu pembuatan biodiesel. Hasil Penelitian yang dilakukan oleh Oko dan Feri (2019) kandungan besar kalsium karbonat dalam cangkang telur ayam dimanfaatkan sebagai katalis heterogen dengan kalsinasi. Katalis diperoleh dengan cara meng-impregnasi CaO dengan KOH yang kemudian diaplikasikan pada produksi biodiesel minyak jarak. Konsentrasi KOH

optimal adalah 11%, menunjukkan nilai kebasaan 6,19 mmol asam benzoat/g. Selain itu, hasil biodiesel terbaik dicapai dengan memasukkan katalis sebanding dengan berat minyak, menghasilkan hasil yang mengesankan sebesar 96,0739%. Katalis CaO dapat dibuat melalui proses kalsinasi dari CaCO_3 menjadi CaO yang membutuhkan suhu tinggi agar mendapatkan katalis yang benar-benar murni. Metode kalsinasi digunakan untuk mengurangi kandungan H_2O yang terkandung dalam katalis yang dibuat. Pengurangan kuantitas H_2O dalam katalis memperluas permukaannya. Kalsinasi dilakukan pada temperatur yang sangat tinggi agar struktur dari katalis CaO mengalami perubahan sehingga memperoleh efek katalitik besar (Oko & Feri, 2019). Pembaharuan penelitian dilakukan dengan mengganti bahan pembuatan katalis berupa cangkang keong sawah. Penggunaan cangkang keong sawah sebagai sumber bahan membuat katalis CaO yang akan digunakan dalam produksi biodiesel dari minyak goreng bekas.

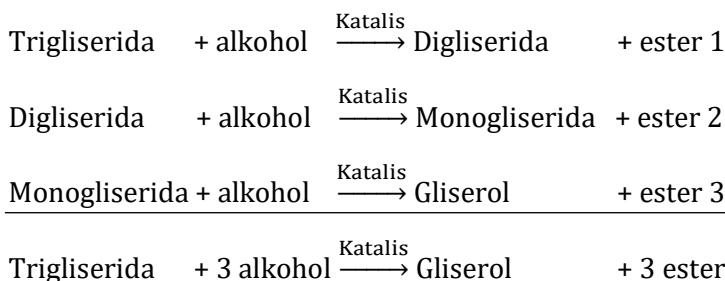
6. Reaksi Transesterifikasi

Produksi biodiesel melibatkan sintesis melalui reaksi transesterifikasi yang membutuhkan katalis basa. Katalis basa homogen NaOH dan KOH adalah katalis yang sering dipakai dan memiliki kemampuan katalitik yang sangat baik dan dapat beroperasi pada suhu serta tekanan rendah. Namun, katalis ini menimbulkan tantangan karena sulit diekstraksi dari campuran reaksi dan tidak dapat didaur ulang, yang menyebabkan pencemaran lingkungan. Sebaliknya, katalis basa heterogen seperti CaO, meskipun kurang efisien dibandingkan rekan homogennya, dapat menjadi pilihan yang layak untuk sintesis biodiesel. Katalis heterogen dapat dengan mudah dipisahkan dari campuran reaksi dan digunakan kembali, menghasilkan pengurangan biaya pengadaan dan pengoperasian serta dampak lingkungan yang minimal. Banyaknya keuntungan yang dimiliki tersebut, beberapa syarat penting dibutuhkan saat katalis basa digunakan pada reaksi transesterifikasi, diantaranya alkohol dalam kondisi anhidrous dengan kandungan air kurang dari 0.1 sampai 0.5 % berat serta %FFA minyak kurang dari 0.5% (Lotero et al., 2005).

Sangat penting untuk memantau keberadaan air selama reaksi karena dapat mengakibatkan hidrolisis alkil ester menjadi asam lemak bebas, yang dapat menyebabkan saponifikasi dan menghambat produksi biodiesel. Oleh karena itu, sangat penting untuk memastikan bahwa persyaratan ini dipenuhi untuk mencapai hasil yang optimal (H. Santoso et al., 2013).

Reaksi transesterifikasi yaitu reaksi antara ester dengan alkohol. Peningkatan laju reaksi dapat terjadi dan hasil produk yang dihasilkan dapat diperbanyak dengan penambahan reaktan dan katalis yang lebih banyak agar kesetimbangan reaksi dapat berpindah ke kanan. Katalis yang digunakan dipilih atas dasar mudahnya proses pemisahan dari produk yang dihasilkan menggunakan katalis basa. Beberapa faktor pengaruh dalam proses transesterifikasi yakni: temperatur, laju pengadukan, jenis dan konsentrasi katalis dan perbandingan alkohol sebagai pelarut dengan asam lemak. Kualitas reaktan, kadar air dan FFA minyak, memainkan peran penting dalam memastikan kelancaran proses transesterifikasi. Sangat penting untuk mencegah adanya air selama

proses, terlepas dari apakah itu dilakukan di suasana asam atau basa, karena potensinya menyebabkan ester terhidrolisis. Suhu tinggi dan kondisi asam dapat menyebabkan terbentuknya asam karboksilat dan alkohol, sedangkan kondisi basa dapat menyebabkan terbentuknya sabun (Schuchrdt & Secheli, 1998). Reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada gambar 2.2.



**Gambar 2.2. Reaksi Transesterifikasi
(Aziz, 2007)**

Penggunaan katalis basa dalam proses biasanya mengarah pada reaksi yang lebih cepat daripada yang menggunakan katalis asam dikarenakan reaksi terjadi dalam arah yang sama. Namun, penting untuk dicatat bahwa katalis basa bekerja secara optimal hanya dalam kondisi netral dan tanpa air. Laju reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh konstanta kesetimbangan, yang bergantung pada berbagai faktor seperti tekanan,

suhu, katalis, serta konsentrasi reaktan dan produk. Konversi trigliserida menjadi ester dan gliserol terjadi dalam serangkaian langkah, termasuk transformasi dari trigliserida menjadi digliserida, digliserida menjadi monogliserida, dan akhirnya menjadi alkil ester (Aziz, 2007). Berdasarkan hasil penelitian dari Erchamo dkk (2021) memaparkan tentang peroduksi biodiesel berbahan minyak goreng bekas dengan reaksi transesterifikasi menggunakan bantuan katalis CaO dengan kalsinasi menunjukkan bahwa variasi rasio molar minyak goreng bekas dengan metanol serta variasi rasio campuran alkohol metanol-ethanol yang digunakan mempengaruhi hasil dan pemisahan produk biodiesel. Penggunaan minyak goreng bekas dan katalis relevan dan murah serta campuran metanol-ethanol dapat digunakan saat proses transesterifikasi minyak goreng bekas namun penggunaan dalam porsi yang wajar produk biodiesel dengan variasi campuran metanol-ethanol menunjukkan hasil dengan kualitas tinggi dalam kisaran standar biodiesel (Erchamo et al., 2021).

7. Karakterisasi Katalis

Dalam mengkarakterisasi katalis yang berhasil di produksi, di perlukan bantuan beberapa analisis instrumen diantaranya:

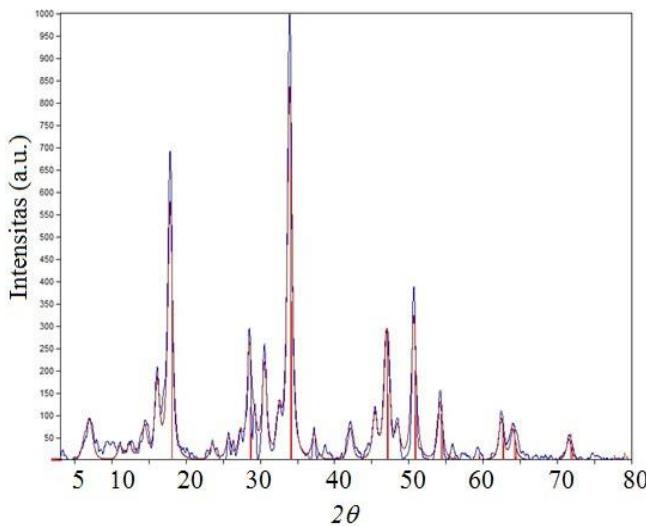
1.) *X-Ray Diffraction (XRD)*

Analisis XRD merupakan teknik menganalisis sampel melalui proses identifikasi fasa kristalin menggunakan skala struktur kisi sehingga diketahui besar partikel sampel dalam bentuk semikuantitatif dan kualitatif. XRD digunakan untuk menilai komposisi berbagai bahan, termasuk karakterisasi kristal. Pada dasarnya, XRD bekerja dengan mendifraksikan cahaya melalui celah dalam kisi kristal. Difraksi ini terjadi ketika panjang gelombang radiasi setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Radiasi yang digunakan termasuk sinar-x, elektron, dan neutron, dengan sinar-x menjadi foton berenergi tinggi dengan panjang gelombang berkisar pada 0,5 hingga 2,5 Angstrom. Ketika berkas sinar-x berinteraksi dengan suatu bahan, sebagian diserap, sebagian ditransmisikan, dan sebagian difraksi. XRD mendeteksi hamburan terdifraksi, menjadikannya

alat yang sangat berharga untuk analisis komposisi (Fitri and Utami 2017).

Interpretasi kualitatif XRD dilakukan melalui perbandingan pola difraksi yaitu saat pola difraksi sampel diperoleh dibandingkan pola dari kandungan mineral di dalamnya dengan beberapa mineral lain dalam identifikasi sampel serta pengukuran perbandingan jarak difraksi dimana tempat optimal difraksi pola disebabkan beberapa hal seperti panjang gelombang, geometri dan jarak difraksi kristal sampel. Sementara itu, interpretasi semikuantitatif XRD kekuatan optimal XRD dikaitkan pada banyaknya bidang difraksi dengan sampel yang menunjukkan estimasi dari konsentrasi mineral (Whittig and Allardice 1986). Penelitian yang dilakukan Fatmawati et al., (2018) untuk pemanfaatan cangkang keong sawah sebagai katalis reaksi transesterifikasi biodiesel menunjukkan bahwa puncak CaO muncul pada pola difraksi 2θ : $33,9^\circ$; $47,01^\circ$; $54,13^\circ$; dan $62,46^\circ$. Selain itu terdapat pengotor yang muncul dalam pola difraksi yaitu CaCO_3 dan Ca(OH)_2 . Kalsium karbonat menandakan kurang sempurnanya konversi CaCO_3 menjadi CaO. Sedangkan munculnya

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ disebabkan katalis yang berinteraksi dengan udara. Hasil difraktogram XRD katalis cangkang keong sawah yang dilakukan Fatmawati et al., (2018) ditunjukkan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3. Difraktogram XRD Katalis Cangkang Keong Sawah (Fatmawati et al., 2018)

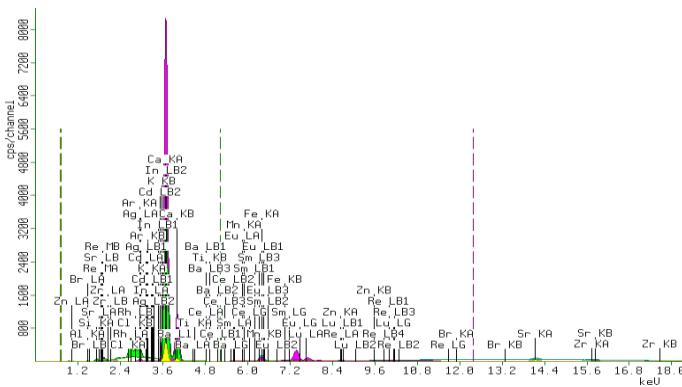
2.) XRF (*X-Ray Flourence*)

Analisis Instrumen XRF untuk menganalisis komposisi bahan dengan identifikasi menggunakan sinar-X untuk membangkitkan atom pada permukaan material menyebabkannya memancarkan sinar-X, karakteristik yang dapat dianalisis untuk menentukan komposisi unsur. (Munasir et al., 2012). XRF memiliki keunggulan

dibandingkan alat analisis lainnya, antara lain kemudahan penyiapan sampel, waktu pengukuran yang singkat, dan hasil yang relatif akurat. Metode XRF didasarkan pada efek fotolistrik, dimana elektron dikeluarkan dari atom pada permukaan material, menciptakan kekosongan elektron yang diisi oleh elektron dari orbital yang lebih tinggi, menghasilkan emisi sinar-X karakteristik. Spektrometer XRF mampu mendeteksi unsur dengan karakteristik energi sinar-X di atas 0,840 keV dan biasanya digunakan untuk analisis unsur dalam bahan dengan konsentrasi lebih besar dari 0,01%. Analisis kualitatif disajikan dalam bentuk spektrum yang mewakili komposisi unsur-unsur yang terkandung dalam materi, sedangkan analisis kuantitatif dihitung menggunakan cara perbandingan. (Rosika et al., 2007).

Dalam penelitian yang dilakukan Delvita et al., (2015) katalis dari limbah cangkang keong sawah, analisis XRF nya menunjukkan bahwa kandungan terbesar dari katalis yaitu CaO. Saat kalsinasi, CaCO_3 dalam cangkang keong sawah mengalami kalsinasi menjadi CaO. Hasil dari analisis kuantitatif katalis dari cangkang keong sawah

dengan menggunakan XRF menyebutkan bahwa kandungan CaO dalam katalis cukup besar yakni 93,438 %. Persentase kandungan CaO pada katalis yang cukup besar dapat mengkonversi trigliserida menjadi metil ester. Hasil analisa XRF katalis dari cangkang keong sawah oleh Delvita et al., (2015) ditunjukkan pada gambar 2.4.

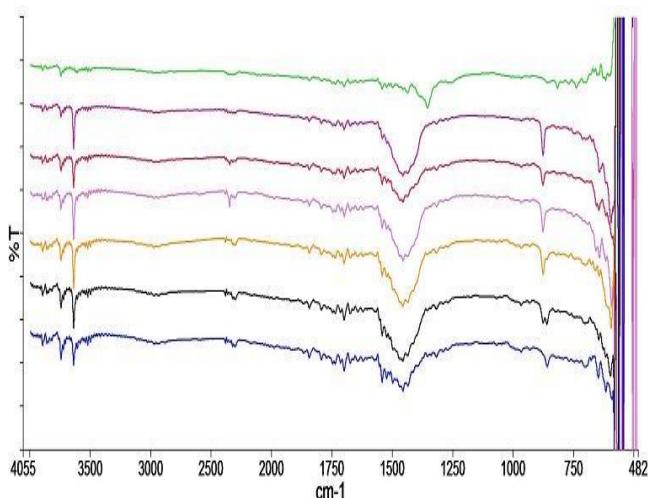


Gambar 2.4. Analisa XRF Katalis dari Cangkang Keong Sawah (Delvita et al., 2015)

3.) FTIR

Spektroskopi FTIR merupakan instrument yang berfungsi untuk mendeteksi gugus fungsi. Spektroskopi FTIR dapat menganalisis keberadaan campuran dalam sampel tanpa merusak sampel yang dianalisis (Andriansyah et al., 2021). Dalam penelitian yang dilakukan Widiarti & Kusumastuti (2015) analisis FT-IR dalam penelitian membuat

biodiesel menggunakan katalis CaO yang dimodifikasi dengan SrO menggunakan proses transesterifikasi minyak goreng bekas menunjukkan SrO tidak muncul pada katalis SrO/CaO akibat intensitas vibrasi CaO murni lebih besar daripada intensitas vibrasi SrO murni. Hasil FT-IR katalis CaO, SrO dan SrO/CaO yang dilakukan Widiarti & Kusumastuti, (2015) ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5. Pola spektra Inframerah katalis CaO, SrO dan SrO/CaO (Widiarti & Kusumastuti, 2015)

Spektra inframerah menunjukkan puncak tajam muncul pada bilangan gelombang 3750 cm^{-1} . Pola ini menandakan terjadinya pembentukan pita

baru gugus OH terisolasi. Gugus OH terisolasi tersebut adalah situs basa yang terbentuk saat kalsinasi CaO terjadi (Widiarti & Kusumastuti, 2015).

4.) Analisis Kebasaan Katalis

Kebasaan katalis mempunyai peran penting dalam proses pembuatan biodiesel dimana hal ini memiliki ikatan dengan situs aktif yang menjadi penyebab terjadinya reaksi. Zhu et al., (2006) berhasil memperoleh katalis super basa CaO dengan kekuatan basa mencapai 26,5. Sedangkan pada penelitian lain diperoleh nilai kebasaan padatan CaO berkisar 15,0 – 18,4. Adanya senyawa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan CaCO_3 di permukaan padatan CaO dan CaO super basa mengakibatkan turunnya kekuatan basa pada katalis CaO dan CaO super basa (Kouzu et al., 2008). Selain nilai kebasaan katalis, luas permukaan dari katalis juga mempengaruhi kinerja katalis pada reaksi pembentukan biodiesel. Hasil uji kekuatan basa katalis oleh Zhu et al., (2006) ditunjukkan pada tabel 2.3.

Tabel 2.3. Hasil Uji Kekuatan Basa Katalis (Zhu et al., 2006)

Senyawa	Kekuatan Basa H
CaO super basa	11,45
CaO	10,97
CaO super basa (Zhu et al., 2006)	26,5
CaO (Kouzu et al., 2008)	15,0 – 18,4

B. Kajian Pustaka

1. Kajian Riset Terdahulu

Penelitian pemanfaatan katalis CaO untuk reaksi transesterifikasi banyak dilakukan oleh para peneliti diantaranya sebagai berikut:

- a. Penelitian Fatmawati et al., (2018) yang berjudul pengaruh berat cao dari cangkang keong sawah (*Pilla ampullacea*) pada aktivitasnya sebagai katalis heterogen pada konversi biodiesel dari minyak bekatul yang bertujuan mengetahui karakteristik dan aktivitas katalitik katalis CaO terhadap konversi biodiesel dari minyak bekatul. Karakteristik katalis CaO yang dihasilkan masih mengandung pengotor berupa CaCO_3 dan Ca(OH)_2 . Produksi biodiesel dilakukan dengan melakukan variasi berat katalis antara 2,5% sampai 10%. Yield biodiesel yang diperoleh pada semua variasi berat katalis menunjukkan hasil

- 100% sehingga pengaruh variasi berat katalis tidak terlalu mempengaruhi hasil yield biodiesel pada penelitian tersebut.
- b. Penelitian Gani Rachim et al., (2017) yang berjudul modifikasi katalis CaO untuk produksi biodiesel dari minyak bekas yang bertujuan untuk mengetahui keefektifan CaO- ZnCl₂ untuk mendapatkan yield biodiesel. Peneliti melakukan perlakuan tambahan impregnasi dengan ZnCl₂ sebagai promotor untuk meningkatkan aktivitas katalitik katalis CaO. Penggunaan perbandingan antara minyak dengan metanol yang digunakan adalah 1:12 dan menghasilkan yield biodiesel cukup tinggi yakni 77,94%.
 - c. Penelitian Oko & Feri, (2019) yang berjudul pengembangan katalis CaO dari cangkang telur ayam dengan impregnasi KOH dan aplikasinya terhadap pembuatan biodiesel dari minyak jarak yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi KOH pada impregnasi katalis CaO serta pengaruh penambahan katalis terhadap pembuatan biodiesel dari minyak jarak. Katalis CaO diimpregnasi dengan KOH dengan variasi 8%, 9%, 10%, 11%, 12%, dan 13% dimana

katalis yang dimodifikasi dengan 11% KOH CaO memiliki kebasaan yang paling tinggi. Katalis 12% dan 13% KOH mengalami keadaan lewat jenuh sehingga pori katalis tidak mampu menerima KOH lagi dan mengakibatkan kebasaan katalis turun. Penelitian tersebut menghasilkan biodiesel paling bagus saat katalis CaO/K₂O variasi konsentrasi 3% berat katalis dengan nilai rendemen sebesar 96,0739 %.

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian dalam rangka memperbesar luas permukaan katalis CaO. Pembaharuan penelitian dilakukan dengan memanfaatkan cangkang keong sawah menjadi katalis CaO dan memodifikasi katalis CaO menggunakan padatan KOH melalui metode impregnasi. Selain itu, penggunaan campuran alkohol berupa metanol dan etanol dimaksudkan untuk memperoleh produk biodiesel yang lebih baik daripada menggunakan metanol maupun etanol saja.

2. Hipotesis

Pada penelitian ini, hipotesis yang diajukan yaitu penambahan KOH ke dalam katalis CaO melalui proses impregnasi akan meningkatkan

kebasaan katalis yang pada akhirnya meningkatkan aktivitas katalitik katalis dan meningkatkan hasil konversi biodiesel dari minyak goreng bekas.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang diperlukan dalam penelitian di antaranya termometer, spatula, neraca analitik, batang pengaduk, penyaring vakum, kertas saring, gelas beaker, labu leher 2, *reflux condenser*, *heating mantle*, corong gelas, erlenmeyer, gelas ukur, piknometer 10 ml, buret 100 ml, cawan porselen, kertas saring, mortar dan alu, desikator, *hot plate*, furnace, stirer, *magnetic stirrer*, karet sumbat, *oilbath*, ayakan 80 mesh.

Instrumen yang digunakan adalah instrumen XRD (Bruker D2 Phaser), instrumen XRF (Rigaku Supermini200), instrumen FT-IR (Bruker Alpha II) dan instrumen GC-MS (Shimadzu GC-MS 2010 plus).

2. Bahan

Bahan penelitian pembuatan biodiesel diantaranya minyak goreng bekas dari limbah rumah tangga Wringinjajar Mranggen, cangkang keong sawah (*Pila ampullacea*) dari persawahan desa Wringinjajar Mranggen, metanol absolut (p.a, Merck) dan etanol absolut (p.a, Merck), NaOH (p.a,

Merck), HCl (p.a, Merck), aquades, indikator fenolftalein (PP), indikator bromtimol biru (BTB), n-heksan (p.a, Merck) dan KOH (p.a, Merck).

B. Prosedur Penelitian

1. *Pretreatment Sampel Minyak Goreng Bekas*

Sampel minyak goreng bekas terlebih dahulu disaring memisahkan minyak dari sisa kotoran yang masih terkandung didalamnya. Selanjutnya dipanaskan pada temperatur 110°C menggunakan oven selama 30 menit agar kandungan air berkurang (Erchamo et al., 2021).

2. Sintesis Katalis CaO

Limbah cangkang keong sawah yang didapatkan dari daerah persawahan desa Wringinajar Mranggen Kabupaten Demak direndam menggunakan air hangat untuk memudahkan proses pembersihan cangkang keong sawah dari lumut yang menempel selama 10 menit. Selanjutnya, cangkang keong sawah dibilas dengan aquades untuk dibersihkan dari kotoran yang masih ada. Selanjutnya dioven selama 24 jam pada suhu 110°C. Sampel cangkang keong sawah kemudian ditumbuk serta diayak menggunakan ayakan 80 mesh. Serbuk cangkang keong sawah yang

diperoleh diletakkan ke dalam *crucible* untuk dikalsinasi pada tungku *muffle* dengan suhu 400°C dengan waktu 3 jam. Selanjutnya direfluks dengan air pada temperatur 60°C selama 6 jam. Selanjutnya dikeringkan dengan di oven di temperatur 110°C dengan waktu 8 jam. Selanjutnya bubuk cangkang keong sawah akan didehidrasi dengan dikalsinasi pada temperatur 800°C dengan waktu 3 jam sampai didapatkan perubahan hidroksida menjadi katalis CaO. Katalis CaO yang telah dibuat dimasukkan dan disimpan dalam desikator agar dalam kondisi kering (Erchamo et al., 2021).

3. Sintesis Katalis KOH/CaO 10 % dan 15 % Secara Impregnasi

Disiapkan 2 sampel katalis CaO yaitu sampel pertama yang telah dikalsinasi pada temperatur 800°C dan sampel kedua katalis CaO diimpregnasi dengan larutan KOH dengan variasi konsentrasi 10%, dan 15% secara perlahan dengan bantuan pelarut aquades dan diaduk selama 2 jam 30 menit. Selanjutnya disaring campuran larutan menggunakan corong Buchner dan dicuci dengan aquades. Selanjutnya dikeringkan katalis dalam oven ditemperatur 110°C selama 6 jam. Selanjutnya

dikalsinasi kembali di temperatur 600°C dengan waktu 4 jam (Astuti et al., 2019).

4. Karakterisasi Katalis

Katalis akan dianalisa karakteristiknya menggunakan instrumen XRD di kisaran 2θ 10° - 60° . Analisis XRF untuk analisa unsur dalam bahan secara kualitatif ataupun kuantitatif. Analisis FTIR untuk mendeteksi gugus fungsi pada bilangan gelombang 4000 sampai 500 cm^{-1} . Hasil analisa instrumen akan dianalisa menggunakan origin (Erchamo et al., 2021).

Analisis kebasaan katalis CaO diukur menggunakan metode titrasi asam benzoat yaitu 0,1 g katalis CaO dicampur dengan 2 mL indikator BTB (0,1 mg indikator BTB dalam 1 mL metanol) dimasukkan dalam erlenmeyer. Selanjutnya dititrasi dengan asam benzoat 0,01 M dalam pelarut metanol. Selanjutnya dihitung kebasaan katalis menggunakan persamaan 3.1 (Ortega et al., 2011)

$$\text{kebasaan}(\text{mmol.g}^{-1}) = \frac{(V \times C)\text{asam benzoat}}{W \text{ katalis}} \quad (3.1)$$

Keterangan:

V = volume asam benzoat yang dibutuhkan untuk titrasi (mL)

C = konsentrasi asam benzoat yang digunakan
(mmol/mL)

W = massa katalis yang diuji (g)

5. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas

a.) Menentukan persentase asam lemak bebas

Sampel minyak goreng bekas dimasukkan sebanyak 3,53 g ke dalam erlenmeyer 250 mL. Selanjutnya ditambahkan 50 mL etanol 96% dengan diaduk ditemperatur 60°C dalam waktu 10 menit. Ditetesi indikator fenolftalein serta dititrasi menggunakan NaOH 0,1N untuk menetralkan larutan (Busyairi et al., 2020). Perhitungan % FFA (*Free Fatty Acid*) menggunakan persamaan 3.2.

$$\% FFA = \frac{V NaOH \times N \times BM \text{ asam lemak}}{\text{Massa sampel} \times 1000} \times 100 \% \quad (3.2)$$

b.) Perhitungan % bilangan asam

Bilangan asam minyak goreng bekas dihitung menggunakan persamaan 3.3 (Sinaga et al., 2014):

$$\% \text{ Bilangan asam} = \frac{(V \times N \times BM) NaOH}{\text{Massa sampel} \times 1000} \times 100 \% \quad (3.3)$$

Keterangan:

V NaOH= volume NaOH yang dibutuhkan untuk titrasi (mL)

N NaOH= Normalitas NaOH yang digunakan (N)

Berat Molekul asam lemak minyak goreng bekas
= 282,47 g/mol (Busyairi et al., 2020)

c.) Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas.

Minyak goreng bekas sebanyak 20 g dimasukkan ke dalam labu leher dua. Katalis ditimbang masing-masing pada 1,5 % (0,3 g) berat minyak dan dilarutkan dalam 9 mL metanol-ethanol. Campuran larutan dipanaskan pada temperatur 60°C selama 10 menit (membentuk larutan kalsium etoksida/metoksida) dan dimasukkan ke dalam labu leher dua. Campuran metanol-ethanol menggunakan rasio molar minyak dengan campuran metanol-ethanol 1:9. Campuran larutan distirrer pada 600 rpm dengan temperatur 60°C dengan waktu reaksi 3 jam sesuai literatur (Erchamo et al., 2021). Hasil sintesis dicuci dengan ditambahkan larutan HCl 2 M hingga terbentuk endapan putih sambil diaduk pada temperatur 80°C selama 10 menit (Suprapto et al., 2016). Filtrat disaring dengan kertas saring kemudian dimurnikan dengan larutan n-heksana 10 mL sambil diaduk pada temperatur 80°C selama 10 menit (Fitriyana et al., 2012). Campuran larutan

dimasukkan ke dalam corong pisah dan disimpan dalam suhu ruang hingga membentuk 2 lapisan dan ditunggu selama 24 jam. Lapisan atas dipisahkan dan dimurnikan dengan pengujian pada temperatur 110°C selama 15 menit untuk menghilangkan air dan n-heksan yang masih terkandung (A. A. Santoso & Dewi, 2015).

6. Analisis Produk Biodiesel

Hasil biodiesel komponennya dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif melalui GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

Perhitungan % *yield* biodiesel dihitung menggunakan persamaan 3.4 (Buchori et al., 2018)

% *Yield biodiesel*

$$= \frac{\% \text{ area FAME} \times \text{massa biodiesel}}{\text{massa minyak goreng bekas}} \times 100\% \quad (3.4)$$

a.) Analisis Densitas

Analisis densitas dilakukan menggunakan piknometer. Piknometer 10 mL dicuci dan dikeringkan untuk membersihkan kotoran yang masih ada. Selanjutnya ditimbang piknometer dalam keadaan tanpa isi dan dicatat massanya. Selanjutnya dimasukkan biodiesel ke dalam piknometer dan ditutup serta dipastikan tidak muncul gelembung

udara. Selanjutnya ditimbang piknometer berisi biodiesel ini dan dicatat massanya. Selanjutnya dihitung densitas biodiesel menggunakan persamaan 3.5 (Yusrizal et al., 2022):

$$\rho = \frac{W_t - W}{V} \quad (3.5)$$

Keterangan:

W = Massa piknometer kosong (g)

W_t = Massa piknometer berisi (g)

ρ = Massa jenis (g/mL)

V = Volume piknometer

b.) Viskositas biodiesel

Analisis viskositas diukur menggunakan metoda Oswald. Biodiesel 10 mL dimasukkan dalam viskometer dan dihisap sampai tanda batas atas dengan filler. Waktu dihitung saat sampel turun dari batas atas dan dihentikan saat mencapai tanda batas bawah viskometer (Laila & Oktavia, 2017). Selanjutnya dihitung viskositas biodiesel menggunakan persamaan 3.6 dan persamaan 3.7.

$$\eta \text{ sampel} = \frac{t \text{ sampel} \times \rho \text{ sampel}}{t \text{ air} \times \rho \text{ air}} \times \rho \text{ air} \quad (3.6)$$

$$vk = \frac{\eta \text{ sampel}}{\rho \text{ sampel}} \quad (3.7)$$

Keterangan:

η = viskositas dinamik

vk = viskositas kinematik

t = waktu alir (s)

ρ sampel = Massa jenis biodiesel (g/mL)

c.) Konversi FFA (*Free Fatty Acid*) biodiesel

Konversi FFA biodiesel dianalisis menggunakan persamaan 3.8 (Mirzayanti et al., 2022).

Konversi FFA

$$= \frac{\text{Kadar FFA awal} - \text{Kadar FFA akhir}}{\text{Kadar FFA awal}} \times 100\% \quad (3.8)$$

d.) Konversi bilangan asam

Konversi bilangan asam dihitung dengan persamaan 3.9.

$$\text{Konversi bilangan asam} = \frac{(a_i - a_f)}{a_i} \times 100\% \quad (3.9)$$

Keterangan :

a_i = bilangan asam sebelum reaksi

a_f = bilangan asam setelah reaksi (Sistani et al., 2018).

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui karakteristik dan performa aktivitas katalitik dari katalis CaO dari keong sawah yang dimodifikasi dengan kalium hidroksida (KOH) menjadi katalis KOH/CaO yang digunakan pada sintesis biodiesel dari minyak goreng bekas. Hasil sintesis katalis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, XRF, FTIR serta dianalisis total kebasaananya.

A. Sintesis Katalis CaO Dari Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*)

Katalis CaO adalah katalis heterogen yang tingkat sifat korosifnya rendah. Katalis heterogen dipilih karena mudah dipisahkan menggunakan metode filtrasi dari campuran reaksi serta dapat digunakan kembali (Widiarti & Kusumastuti, 2015). Katalis CaO penelitian ini disintesis dari cangkang keong sawah. Cangkang keong sawah dapat disintesis menjadi katalis karena cangkang keong sawah memiliki kandungan CaO yang tinggi dan dapat terdekomposisi dari CaCO_3 menjadi CaO (Delvita et al., 2015).

Cangkang keong dicuci dan direndam dalam air hangat untuk memudahkan dalam membersihkan kotoran yang menempel pada cangkang terutama lumut

dan tanah. Cangkang keong dibilas dengan aquades untuk menghilangkan zat pengotor yang tersisa. Cangkang keong sawah selanjutnya dioven pada suhu 110 °C untuk menghilangkan kadar air dalam cangkang. Cangkang keong sawah ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan 80 mesh. Proses ini akan mengakibatkan permukaan katalis sama rata dan memaksimalkan proses pembakaran saat kalsinasi terjadi.

Serbuk keong sawah yang diperoleh selanjutnya akan dilakukan proses kalsinasi pada suhu 400 °C. Serbuk keong sawah yang awalnya berwarna putih sedikit kecoklatan berubah menjadi putih akibat penguraian zat organik yang terkandung saat suhu semakin bertambah (Ooi et al., 2007). Kalsinasi akan menyebabkan terjadinya pelepasan senyawa CO₂ dari penguraian CaCO₃ yang terkandung dalam cangkang keong sawah (Suryandari et al., 2021). Reaksi penguraian yang terjadi sebagai berikut:



Kalsinasi pada suhu 400 °C mengakibatkan senyawa organik dan air dalam katalis akan hilang karena teroksidasi saat dikalsinasi pada suhu dibawah 600 °C. Untuk memperoleh katalis yang paling bagus

adalah dikalsinasi pada suhu diatas 800 °C (Wei et al., 2009).

Selanjutnya, katalis direfluks dengan pelarut air. Proses hidrasi-dehidrasi ini akan mengakibatkan ukuran partikel katalis menjadi lebih kecil sehingga meningkatkan luas permukaan dan mempengaruhi aktivitas katalitik katalis saat diterapkan pada sintesis biodiesel. Proses hidrasi-dehidrasi memberikan efek pada kristalinitas dan ukuran dari kristal katalis. Hal ini terjadi akibat evolusi molekul air, yang dikeluarkan dari kisi selama kalsinasi, sampel terhidrasi dan memecah kristalit (Erchamo et al., 2021). Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Selanjutnya, katalis dioven pada suhu 110 °C selama semalam untuk menguapkan kadar air. Katalis dikalsinasi kembali pada suhu 800 °C. Hal ini akan mengakibatkan perubahan hidroksida menjadi katalis CaO. Kekuatan dasar dan reaktivitas CaO bergantung pada prekursornya sehingga CaO yang dihasilkan dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$ mempunyai karakteristik basa yang kuat daripada katalis dari CaCO_3 (Cho et al., 2009).

Katalis yang dihasilkan dimodifikasi dengan larutan KOH melalui proses impregnasi. Impregnasi KOH

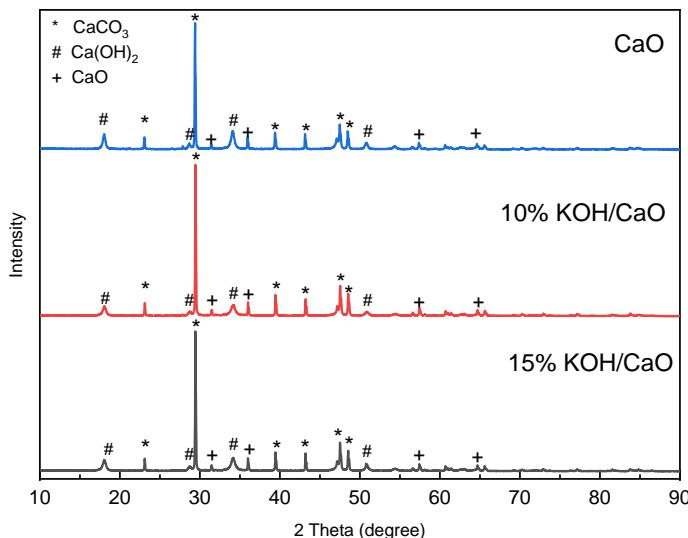
dilakukan dengan variasi 10 % dan 15 % dengan tujuan meningkatkan aktivitas katalitik katalis karena impregnasi akan meningkatkan nilai kebasaan. Kebasaan katalis penting agar reaksi transesterifikasi yang terjadi berjalan secara optimum (Astuti et al., 2019). 10% KOH/CaO dibuat dengan mencampurkan padatan KOH sebanyak 1,5 g dan 13,5 g katalis CaO dilarutkan dalam aquades dan diaduk dalam *magnetic stirrer* selama 2 jam 30 menit tanpa pemanasan

Pembuatan katalis 15% KOH/CaO menggunakan 2,25 g padatan KOH dan 12,75 g katalis CaO. Pengadukan akan mempercepat campuran larutan menjadi homogen akibat intensnya interaksi kontak antara KOH dan CaO. Semakin banyak KOH yang diimpregnaskan ke dalam katalis CaO maka akan semakin tinggi kandungan KOH pada katalis CaO. Larutan selanjutnya dilakukan pengovenan selama 6 jam untuk menghilangkan kadar air dan dikalsinasi kembali pada suhu 600 °C selama 4 jam sehingga mengubah bentuk hidroksida (Ca(OH)_2) menjadi oksida (CaO) (Niju et al., 2014).

B. Karakterisasi Katalis CaO, 10% KOH/CaO dan 15 % KOH/CaO

1. Karakterisasi Katalis CaO, 10% dan 15% KOH/CaO Menggunakan XRD

Analisis XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan teknik menganalisis sampel melalui proses identifikasi fasa kristalin sehingga diketahui besar partikel sampel. Karakterisasi XRD menunjukkan struktur kristal dan fasa pada katalis. Untuk hasil karakterisasi XRD katalis yang dibuat ditunjukkan pada gambar 4.1.



Gambar 4.1. Pola Difraktogram Sinar-X Katalis CaO, 10% KOH/CaO dan 15% KOH/CaO

Pola difraktogram katalis XRD hasil preparasi dibandingkan pola difraksi CaO dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Pola difraksi CaO, 10% KOH/CaO dan 15% KOH/CaO sesuai dengan JCPDS no. 00-037-1497, puncak difraksi CaO dapat diamati pada $2\theta=31,418^\circ$; $35,967^\circ$; $57,396^\circ$; $64,635^\circ$. Katalis KOH/CaO pada gambar 4.1 menunjukkan bahwa masih terdapat pengotor pada katalis berupa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan CaCO_3 . Puncak $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang muncul pada katalis CaO, 10% KOH/CaO dan 15% KOH/CaO sesuai dengan JCPDS no. 01-081-2040 dimana puncak $\text{Ca}(\text{OH})_2$ terlihat di $2\theta=18,0^\circ$; $28,7^\circ$; $34,1^\circ$; $47,1^\circ$ dan $50,8^\circ$. Munculnya pola difraksi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dikarenakan adanya kontaminasi sampel katalis CaO dengan udara membentuk $\text{Ca}(\text{OH})_2$ melalui H_2O yang diserap dari atmosfer karena katalis CaO bersifat higroskopis (Wu et al., 2017). Puncak yang tajam menandakan adanya kalsium karbonat (CaCO_3) diamati pada $2\theta = 29,397^\circ$; $29,450^\circ$; $29,44^\circ$. Kehadiran puncak CaCO_3 adalah karena terjadi penguraian CaCO_3 kurang sempurna menjadi CaO dan CO_2 , sehingga membentuk CaCO_3 di dalam kalsit (Helwani et al., 2021). Difraktogram CaCO_3 diamati pada $29,4^\circ$; $39,4^\circ$; $43,2^\circ$; $47,4^\circ$; $48,5^\circ$. Sementara itu, perlakuan impregnasi menggunakan KOH dengan variasi 10%

KOH/CaO dan 15% KOH/CaO terhadap katalis CaO tidak merubah struktur katalis CaO (Putra, 2017).

2. Karakterisasi Katalis CaO Menggunakan XRF

Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*) dilakukan untuk mengidentifikasi banyaknya kandungan CaO dalam katalis (Li et al., 2017). Hasil analisis XRF ditunjukkan pada tabel 4.1 dan tabel 4.2.

Tabel 4.1. Komponen Senyawa Penyusun Katalis CaO

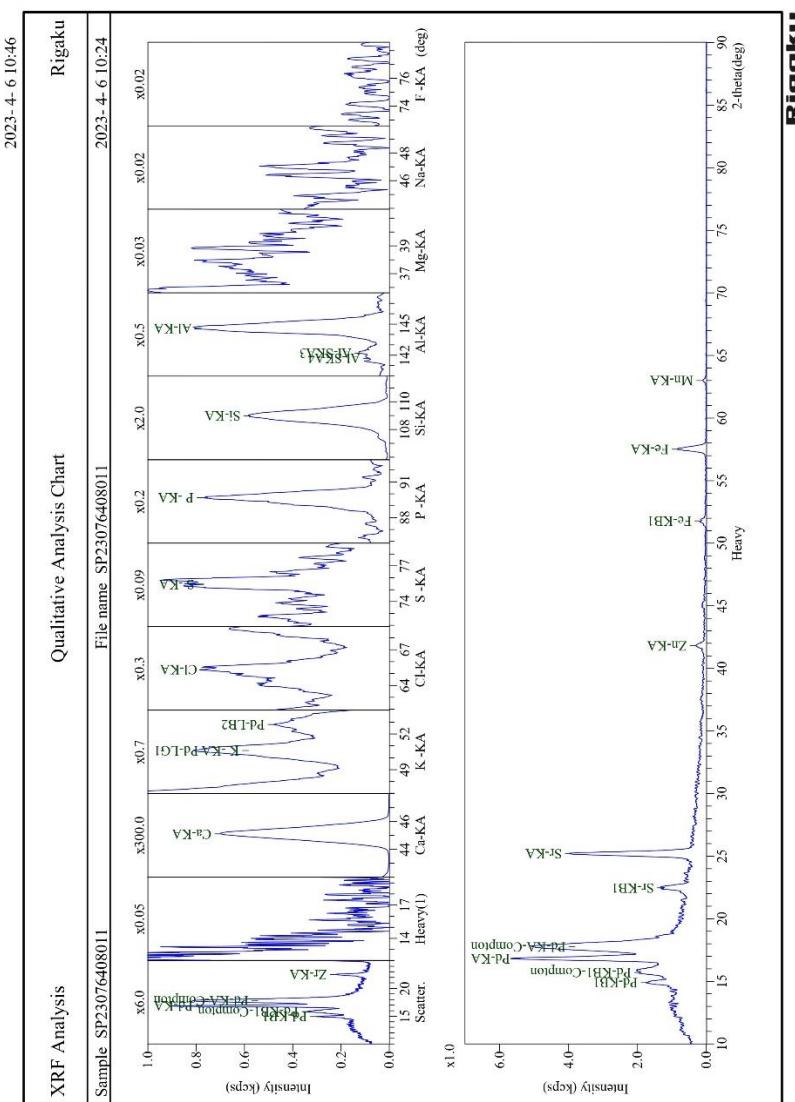
Komponen Oksida	Hasil (% Berat)
Al ₂ O ₃	0,554
SiO ₂	1,47
P ₂ O ₅	0,125
SO ₃	0,0210
Cl	0,0186
K ₂ O	0,111
CaO	55,5
MnO	0,0623
Fe ₂ O ₃	0,366
ZnO	0,0278
SrO	0,126
<i>Balance</i>	41,6
Total	99,9817

Tabel 4.2. Komponen unsur Penyusun Katalis CaO

Komponen unsur	Hasil (% Berat)
Al	0,293
Si	0,688
P	0,0544
S	0,0084
Cl	0,0185
K	0,0920
Ca	39,7
Mn	0,0482
Fe	0,256
Zn	0,0224
Sr	0,106
<i>Balance</i>	58,7
Total	99,9869

Tabel 4.1 menunjukkan katalis memiliki kandungan komposisi utama dan terbesar adalah CaO sebesar 55,5 % berat dan mengandung sedikit pengotor berupa Al_2O_3 , SiO_3 , P_2O_5 , SO_3 , Cl, K_2O , CaO, MnO, Fe_2O_3 , ZnO dan SrO. Sementara itu, terdapat komponen *balance* atau komponen penyeimbang yang merupakan senyawa-senyawa organik dan atom yang memiliki bilangan atom kurang dari 11 (yaitu, C, H, O, dan N) karena sulit untuk secara akurat menganalisis unsur utama organik

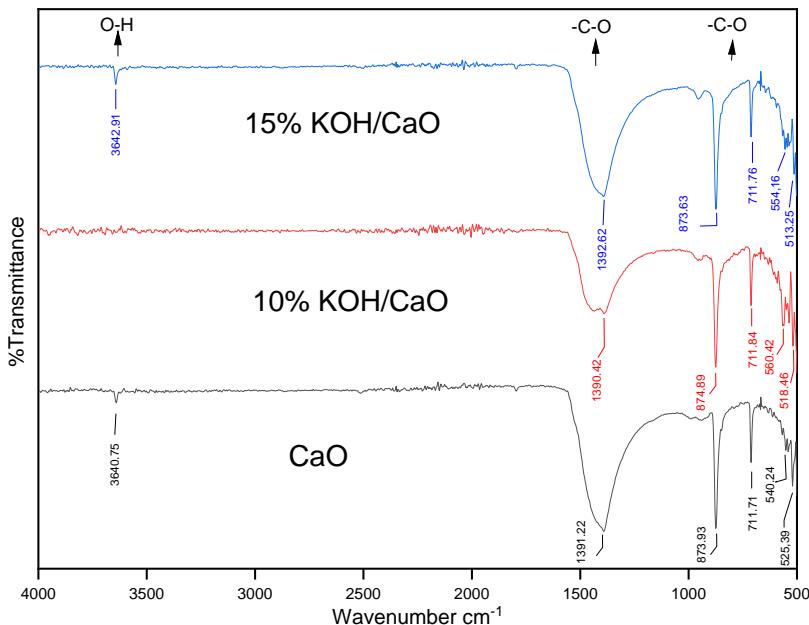
dengan XRF (Rigaku, 2016). Komponen penyeimbang ini dikaitkan dengan keberadaan (OH) dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan (CO_3^{2-}) dari CaCO_3 dikarenakan sifat dari CaO yang mudah menyerap CO_2 serta H_2O dari udara (Weng et al., 2019). Spektrum XRF katalis CaO ditunjukkan pada gambar 4.2.



Gambar 4.2. Spektrum XRF Katalis CaO

3. Karakterisasi Katalis Menggunakan FTIR

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari katalis. Spektrum serapan inframerah suatu material mempunyai daerah yang khas yang berfungsi untuk mengidentifikasi keberadaan gugus-gugus fungsi yang ada. Pola spektrum inframerah yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.3.



Gambar 4.3. Pola Spektrum Inframerah Katalis CaO, 10% KOH/CaO dan 15% KOH/CaO

Berdasarkan hasil data FTIR pada gambar 4.3 terlihat bahwa gugus fungsi yang teramati menunjukkan adanya vibrasi ulur O-H dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang ditunjukkan dengan adanya puncak pada $3640,75$ dan $3642,91\text{ cm}^{-1}$ (Sahu et al., 2017). Namun, kemunculan gugus OH ini tidak bisa begitu saja digunakan untuk membenarkan bahwa sampel yang dianalisis adalah CaO karena adanya gugus OH dari hidrasi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ juga menyebabkan munculnya spektrum $3640,75$ dan $3642,91\text{ cm}^{-1}$. Kehadiran dari spektrum $3640,75$ dan $3642,91\text{ cm}^{-1}$ tersebut mungkin karena adsorben air pada permukaan CaO karena sifatnya higroskopis sebagai penyerap air serta udara (Yosuk et al., 2010).

Hasil ini sesuai dengan temuan Liu et al., (2008) yang menemukan bahwa spektrum inframerah $\text{Ca}(\text{OH})_2$ berasal dari gugus OH yang terjadi pada daerah antara 4000 sampai 3600 cm^{-1} . Dalam jurnal lain, menurut temuan Albuquerque (2008) katalis dengan kandungan kalsium tinggi menghasilkan getaran OH dari hidrasi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pada spektrum 3640 cm^{-1} . Bilangan gelombang $1391,22$; $1390,42$; $1392,62\text{ cm}^{-1}$ muncul pada ketiga katalis yang merupakan vibrasi ulur simetri dari CO, yang diperkuat dengan munculnya puncak pada bilangan gelombang $873,93$; $874,89$; $873,63\text{ cm}^{-1}$

merupakan vibrasi tekuk (bending) dari CO.

Vibrasi puncak pada bilangan gelombang 540,24; 560,42; 554,16 cm^{-1} menyebabkan vibrasi Ca-O (Mirghiasi et al., 2014). CaO terdeteksi dengan mengacu bilangan gelombang pada daerah sekitar 500 cm^{-1} dalam sampel. Mengacu pada standar spektrum CaO, CaCO_3 , dan Ca(OH)_2 , spektrum CaO muncul melebar pada bilangan gelombang tersebut. Pelebaran tersebut disekitar 500 cm^{-1} hingga 600 cm^{-1} dihubungkan dengan peregangan ikatan Ca-O (Mawarani et al., 2021).

4. Analisis Kebasaan Katalis

Analisis kebasaan katalis CaO, 10% dan 15% KOH/CaO hasil sintesis dilakukan untuk mengetahui kekuatan kebasaan katalis. Pengujian kebasaan katalis dilakukan dengan metode titrasi asam-basa dimana 0,1 g katalis ditambahkan 2 mL indikator BTB (*bromothymol blue*) dalam pelarut metanol, kemudian dititrasikan dengan asam benzoat 0,1 M. Data perhitungan kebasaan katalis ditunjukkan pada tabel 4.3.

Tabel 4. 3. Nilai Kebasaan Katalis

Sampel	Nilai Kebasaan (mmol.g^{-1})	Perubahan Warna
CaO	3,196	Biru – Hijau Kekuningan
10% KOH/CaO	3,353	Biru – Hijau Kekuningan
15% KOH/CaO	4,623	Biru – Hijau Kekuningan

Modifikasi katalis menggunakan KOH secara impregnasi mampu meningkatkan nilai kebasaan permukaan katalis (Astuti et al., 2019). Nilai kebasaan yang semakin tinggi akan meningkatkan aktivitas katalitik sehingga hasil konversi biodiesel akan semakin besar. Semakin besar komponen KOH dalam katalis mengakibatkan kebasaan katalis akan meningkat. KOH menjadi promotor untuk membantu komponen aktif CaO sehingga peningkatan KOH dalam katalis dapat meningkatkan keberadaan CaO sebagai situs aktif katalis dan mengakibatkan aktivitas, selektivitas dan efek stabilitas saat diterapkan dalam sintesis biodiesel (Buchori et al., 2018).

C. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Reaksi Transesterifikasi

Produksi biodiesel pada penelitian ini menggunakan proses transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi yaitu reaksi trigliserida lemak dengan alkohol membentuk ester dan gliserol. Reaksi transesterifikasi memerlukan alkohol untuk memaksa keseimbangan menuju ke produk. Metanol dan etanol mempunyai kelebihan dan kekurangan tersendiri saat digunakan pada proses transesterifikasi. Metanol mempunyai reaktivitas dan konversi kesetimbangan

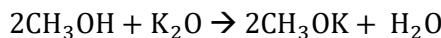
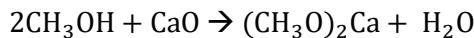
yang tinggi, namun kelarutannya terbatas dalam minyak. Sementara etanol memiliki reaktivitas yang kurang (Erchamo et al., 2021). Pencampuran metanol dan etanol sebagai sumber alkohol dalam proses transesterifikasi akan memberikan keuntungan lebih dibandingkan menggunakan metanol saja. Penggunaan etanol dapat mengurangi penggunaan bahan sintesis metanol (Setyawati & Artsanti, 2019).

Sintesis biodiesel dengan melakukan *treatment* minyak goreng bekas terlebih dahulu. Minyak goreng bekas disaring untuk menghilangkan pengotor yang terkandung dalam minyak, kemudian dioven pada temperatur 110°C selama 30 menit untuk menghilangkan kandungan air dalam minyak. Minyak goreng bekas kemudian diuji kadar FFA untuk mengetahui tingkat perubahan minyak teroksidasi akibat proses penggunaan dan pemanasan berulang-ulang. Analisis asam lemak bebas dilakukan dengan mereaksikan 3,53 g minyak goreng bekas dan 50 mL etanol 96%. Campuran larutan ditetesi indikator PP dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,1N yang distandarisasi dengan asam oksalat 0,1N hingga larutan berubah warna dari bening menjadi merah muda. Analisis ini menunjukkan *Free Fatty Acid* (FFA) sebesar 0,84 %. Hasil

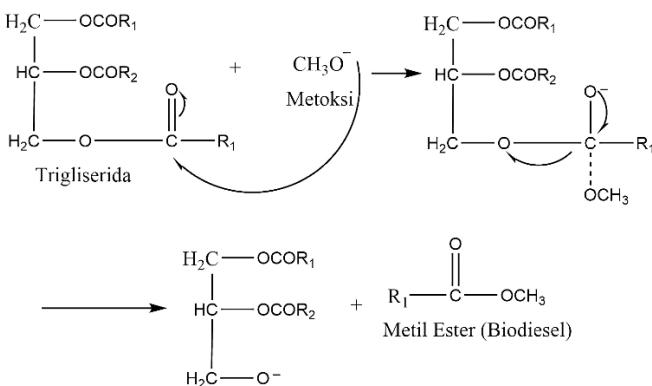
perhitungan kadar FFA menjadikan minyak goreng bekas dapat langsung melalui reaksi transesterifikasi dan tidak perlu diesterifikasi terlebih dahulu karena memiliki %FFA dibawah 5% (Busyairi et al., 2020). Apabila minyak goreng bekas memiliki persentase FFA asam lemak bebas yang tinggi, maka saat dilakukan sintesis melalui transesterifikasi akan menyebabkan reaksi saponifikasi sehingga menyulitkan saat proses konversi biodiesel (H. Santoso et al., 2013).

Proses pembuatan biodiesel melalui proses transesterifikasi dilakukan dalam labu leher dua beralas bulat dan dicelupkan dalam cawan sebagai penangas minyak untuk mengatur suhu. Leher tengah digunakan untuk memasukkan kondensor berpendingin air es dan leher lainnya dipasang dengan termometer untuk mengontrol suhu reaksi. Selama reaksi, minyak goreng bekas diukur sebanyak 20 g dan dituangkan ke dalam labu leher dua untuk dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 20 °C. Katalis ditimbang sebanyak 0,3 g dan dilarutkan dalam jumlah campuran alkohol (metanol- etanol) yang dipanaskan pada suhu 60° selama 10 menit untuk menghasilkan larutan kalsium etoksida / metoksida dimana larutan ini akan membentuk ion alkoksi dan berfungsi menjadi nukleofilik penyerang

ikatan karbonil dalam trigliserida minyak goreng bekas (Erchamo et al., 2021). Reaksi yang terjadi antara katalis dengan alkohol sebagai berikut :



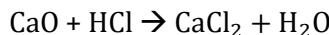
Selanjutnya dilakukan sintesis dengan mencampurkan larutan metoksi ke dalam minyak goreng bekas yang dipanaskan dalam labu leher dua pada suhu 60° selama 3 jam. Perbandingan pencampuran antara minyak goreng bekas dengan alkohol menggunakan rasio molar 1:9 (Erchamo et al., 2021). Reaksi pembentukan metil ester ditunjukkan pada gambar 4.4.



Gambar 4.4. Reaksi Pembentukan Metil Ester

Hasil sintesis dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam hingga membentuk 3

lapisan, dimana lapisan atas merupakan metil ester, lapisan tengah adalah gliserol dan lapisan paling bawah adalah katalis. Hasil sintesis dicuci menggunakan 10 mL HCl 2 M yang bertujuan untuk mengikat Ca^{2+} dengan Cl^- membentuk CaCl_2 (Wardana, 2018). Reaksinya sebagai berikut:



Penambahan HCl 2 M akan membuat larutan keruh berwarna putih, namun setelah dipanaskan dan diaduk pada suhu 80°C mengakibatkan campuran larutan menjadi 2 lapis (Suprapto et al., 2016). Selanjutnya ditambahkan 10 mL n-heksan untuk melarutkan senyawa organik yang masih terkandung dan didiamkan selama 24 jam hingga membentuk 2 lapisan dimana lapisan atas diambil karena lapisan tersebut adalah metil ester (Fitriyana et al., 2012). Metil ester dipanaskan dalam suhu 110°C untuk menguapkan n-heksan dan air sehingga menghasilkan metil ester murni (A. A. Santoso & Dewi, 2015).

D. Analisis Hasil Biodiesel

1. Analisis GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

Analisa pengujian *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) dilakukan dengan tujuan untuk

mengetahui kandungan metil ester yang terkandung dalam biodiesel yang telah dihasilkan. Analisis akan membuktikan terjadinya perubahan senyawa trigliserida dalam minyak goreng bekas menjadi senyawa metil ester (Fatmawati et al., 2018).

Biodiesel mengandung senyawa metil miristat, metil palmitat, metil stearat, metil oleat, metil linoleat, metil linolelaidat, metil eikosanoat, metil-11, 14-eikosadienoat, metil laurat dan metil 7 oktadekenoat. Hasil analisis GC-MS ditunjukkan oleh tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil Uji GC-MS Biodiesel

No	FAME	Biodiesel -CaO Area (%)	Biodiesel- 10% KOH/CaO Area (%)	Biodiesel- 15% KOH/CaO Area (%)
1	Metil miristat	0,94	0,96	0,92
2	Metil palmitat	37,39	38,64	37,05
3	Metil stearat	5,33	4,88	4,53
4	Metil Oleat	38,50	39,81	37,18
5	Metil linoleat	10,38	10,73	9,66
6	Metil linolelaidat	0,20	0,18	-
7	Metil eikosanoat	0,45	0,45	0,35
8	Metil-11,14-eikosadienoat	0,44	0,42	-
9	Metil laurat	-	0,27	-
10	Metil-7-Oktadekenoat	-	-	7,34
	Jumlah	93,63	96,34	97,03

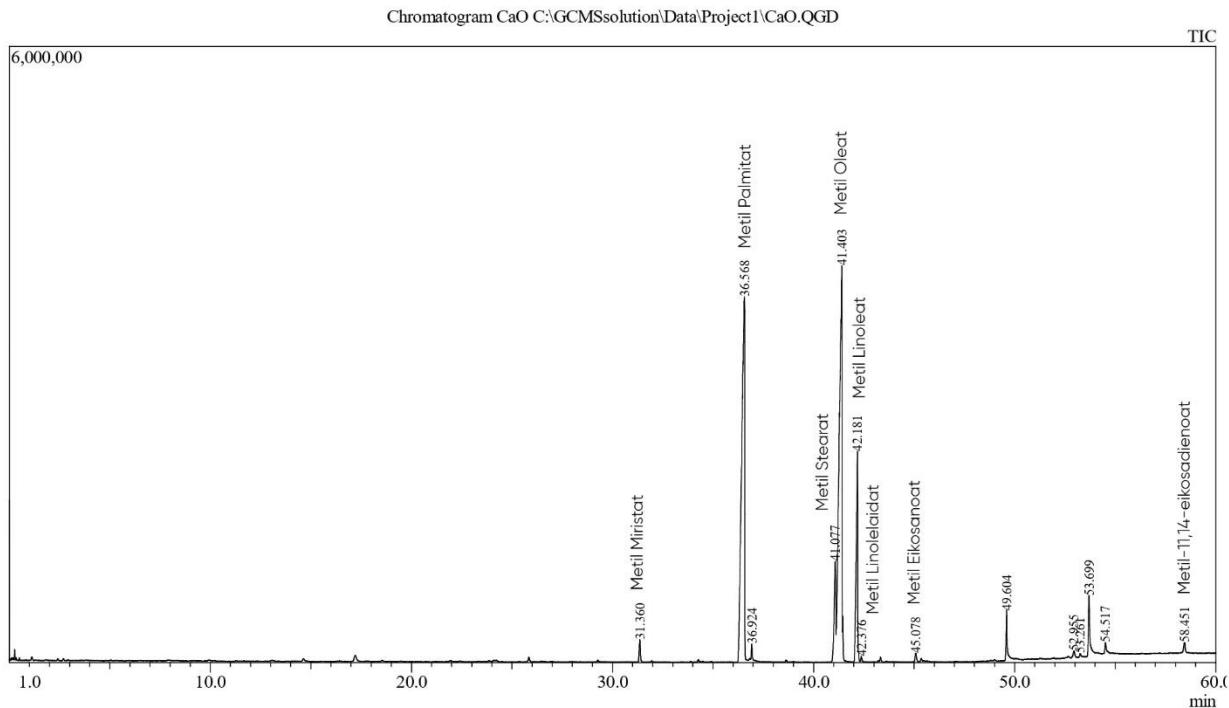
Tabel 4.4 menunjukkan bahwa metil oleat memiliki persentase area paling besar pada masing-masing biodiesel diikuti oleh metil palmitat. Nilai % area metil oleat dan metil palmitat pada biodiesel-CaO 38,50% dan 37,39%, biodiesel-10% KOH/CaO sebesar 39,81% dan 38,64% serta biodiesel-15% KOH/CaO sebesar 37,18% dan 37,05%.

Hasil % area FAME pada tabel 4.4 memperlihatkan bahwa hasil biodiesel dengan bantuan katalis 15% KOH/CaO memiliki % area FAME paling besar yakni 97,03 %. Sementara biodiesel dengan bantuan katalis CaO dan 10% KOH/CaO menghasilkan % area masing-masing 93,63% dan 96,34%. *Yield* biodiesel dihitung menggunakan persamaan 3.4 dengan hasil perhitungan ditunjukkan pada tabel 4.5 dimana biodiesel-15% KOH/CaO memiliki hasil *yield* biodiesel terbesar yakni 82,48%. Nilai *yield* biodiesel ditunjukkan pada tabel 4.5.

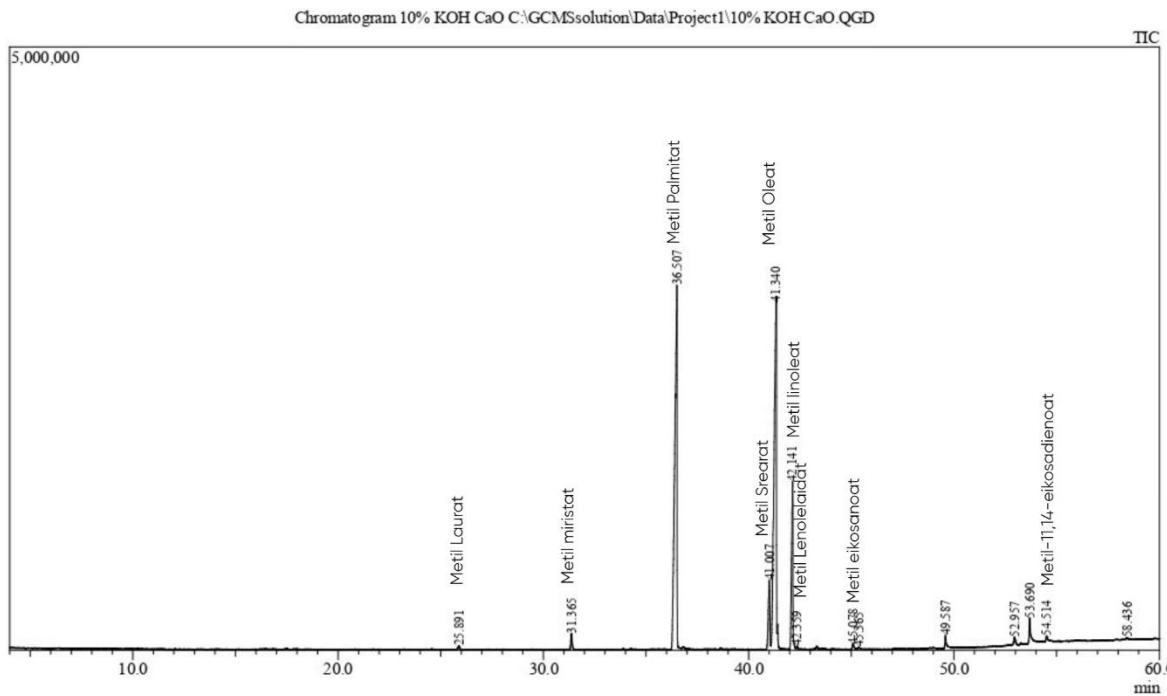
Tabel 4.5. Nilai *Yield* Biodiesel

Sampel Katalis	<i>Yield</i> Biodiesel (%)
CaO	76,31
10% KOH/CaO	78,99
15% KOH/CaO	82,48

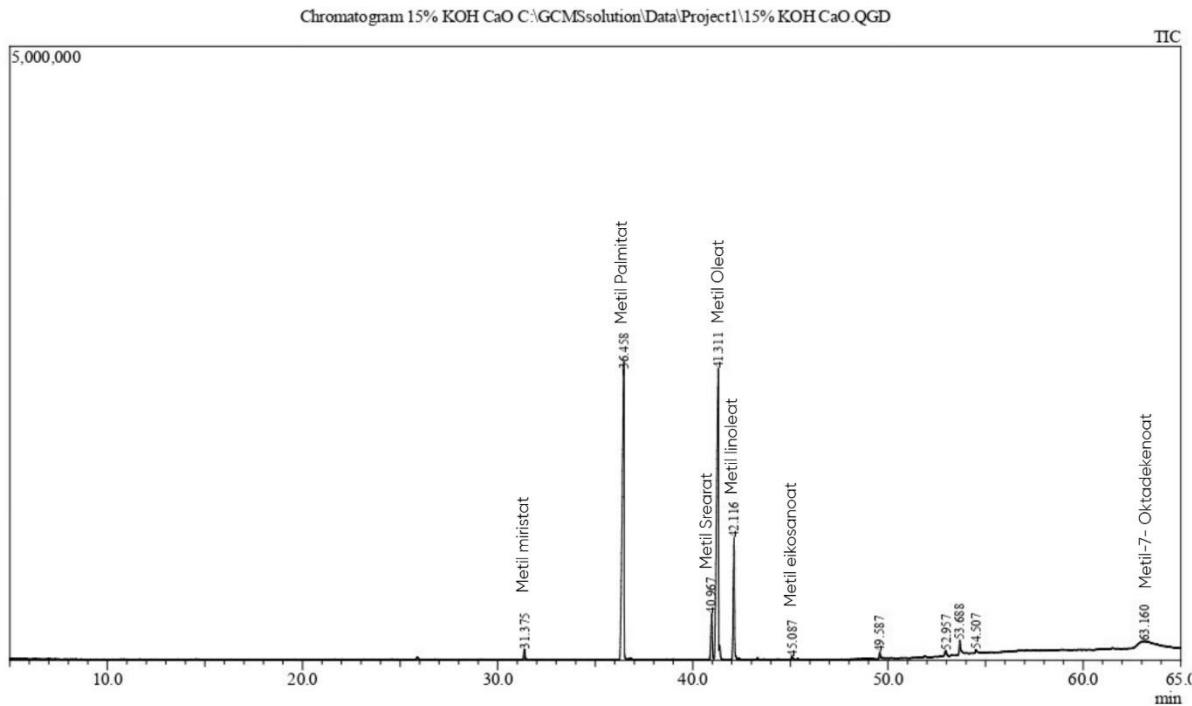
Hasil *yield* biodiesel sesuai dengan teori dimana saat nilai kebasaan katalis semakin besar maka aktivitas katalitiknya juga akan meningkat sehingga konversi biodiesel yang dihasilkan semakin besar (Oko & Feri, 2019). Katalis 15% KOH/CaO menjadi katalisator paling efektif pada penelitian ini karena nilai kebasaan yang tinggi mengakibatkan keberadaan CaO sebagai situs aktif katalis meningkatkan aktivitas, selektivitas dan efek stabilitas (Widiarti & Kusumastuti, 2015). Kromatogram hasil uji GC-MS ditunjukkan pada gambar 4.5, gambar 4.6 dan gambar 4.7.



Gambar 4.5. Kromatogram Biodiesel-CaO

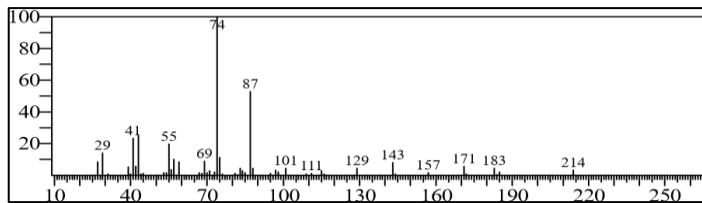


Gambar 4.6 Kromatogram Biodiesel-10% KOH/CaO



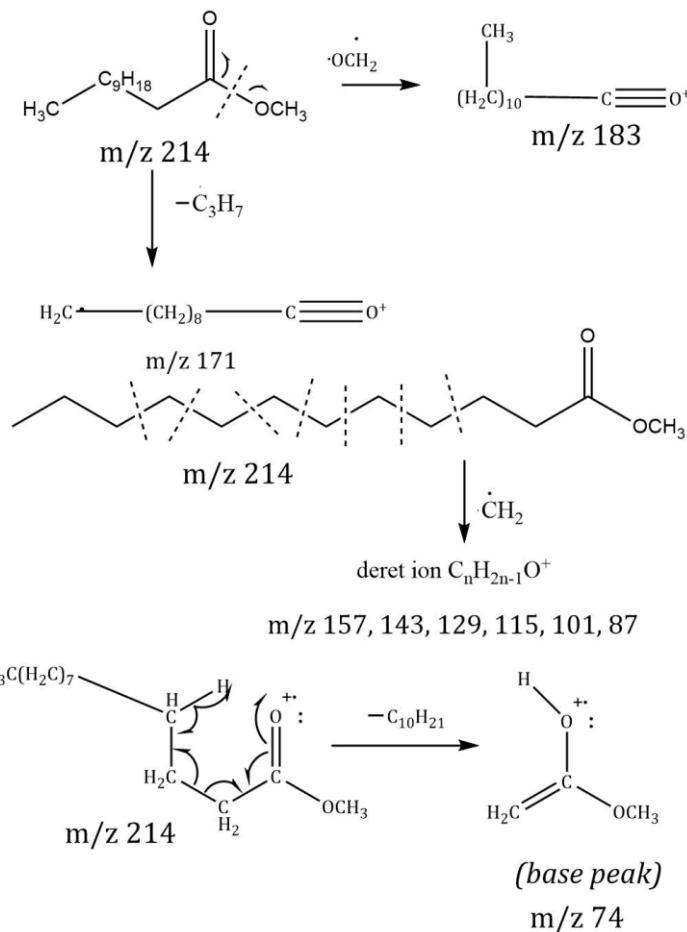
Gambar 4.7 Kromatogram Biodiesel-15% KOH/CaO

Hasil uji kromatogram pada *peak* Rt = 25,891 menampilkan puncak dengan nilai m/z 214, 183, 171, 129, 101, 87, 74. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7LIB no. 113510 adalah metil laurat. Spektra MS metil laurat ditunjukkan pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Spektrum MS Metil Laurat

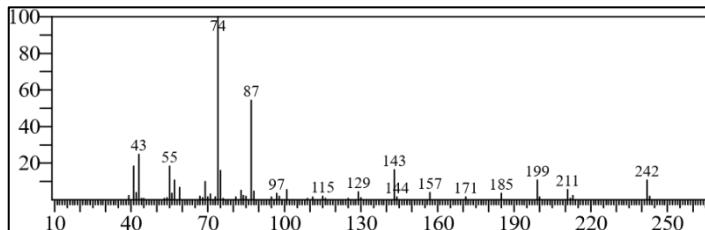
Gambar 4.8 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil laurat dengan berat mol m/z 214 berasal dari $C_{13}H_{26}O_2$. Spektra metil laurat memiliki *base peak* pada m/z 74 yang berasal dari pemutusan gugus $C_{10}H_{21}$ membentuk gugus $C_3H_6O_2^{2+}$. Dugaan fragmentasi metil lurat ditunjukkan pada gambar 4.9.



Gambar 4.9 Dugaan Fragmentasi Metil Laurat

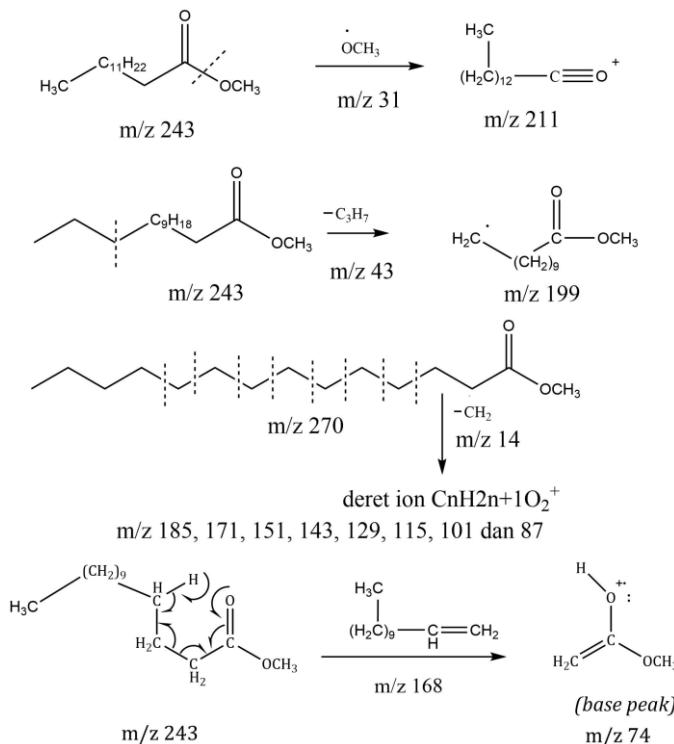
Hasil uji kromatogram pada *peak* $\text{Rt} = 31,365$ menampilkan puncak dengan nilai m/z 242, 211, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 115, 97, 87, 74, 55, 43. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data

WILEY7LIB no. 148369 adalah metil miristat. Spektra MS metil miristat ditunjukkan pada gambar 4.10.



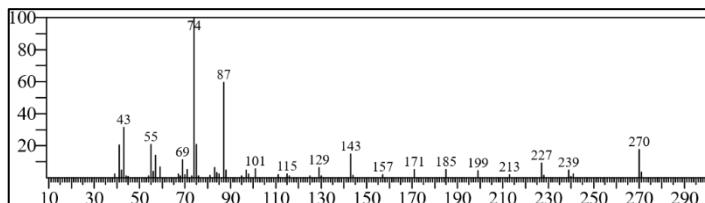
Gambar 4.10 Spektrum MS Metil Miristat

Gambar 4.10 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil miristat dengan berat mol m/z 242 berasal dari $C_{15}H_{30}O_2$. Spektra metil miristat memiliki *base peak* pada m/z 74 yang berasal dari pemutusan gugus $C_{12}H_{24}$ membentuk gugus $C_3H_6O_2^{2+}$. Dugaan fragmentasi metil miristat ditunjukkan pada gambar 4.11.



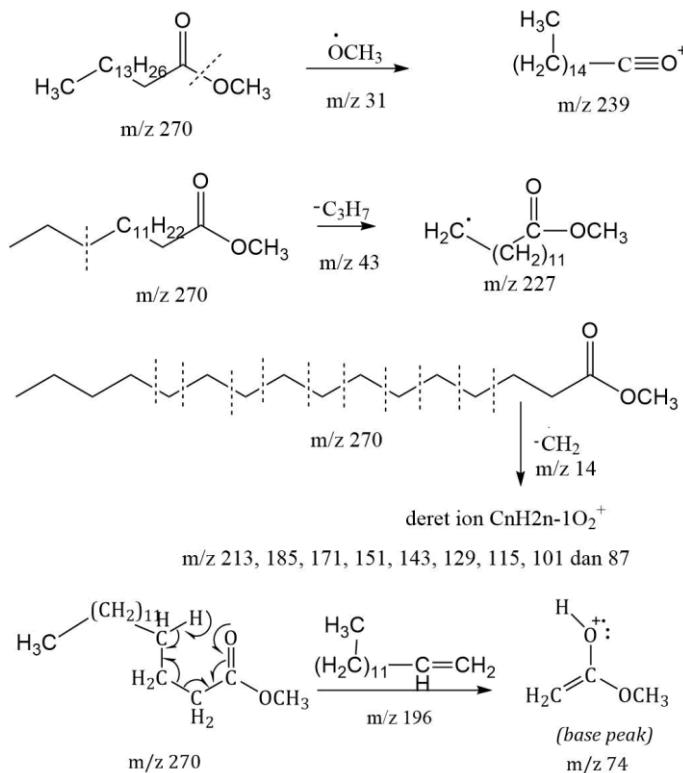
Gambar 4.11 Dugaan Fragmentasi Metil Miristat

Hasil uji kromatogram pada *peak* $\text{Rt} = 36,507$ menampilkan puncak dengan nilai m/z 270, 239, 213, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 115, 97, 87, 74, 55, 43. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7.LIB no. 180435 adalah metil palmitat. Spektra MS metil palmitat ditunjukkan pada gambar 4.12.



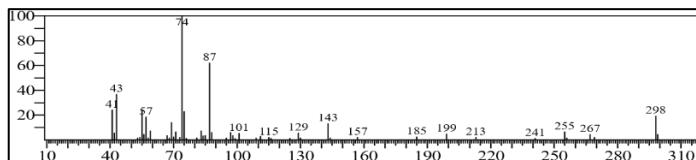
Gambar 4.12 Spektrum MS Metil Palmitat

Gambar 4.12 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil palmitat dengan berat mol m/z 270 berasal dari $C_{17}H_{34}O_2$. Spektra metil palmitat memiliki *base peak* pada m/z 74 yang berasal dari pemutusan gugus $C_{14}H_{28}$ membentuk gugus $C_3H_6O_2^{2+}$. Dugaan fragmentasi metil palmitat ditunjukkan pada gambar 4.13.



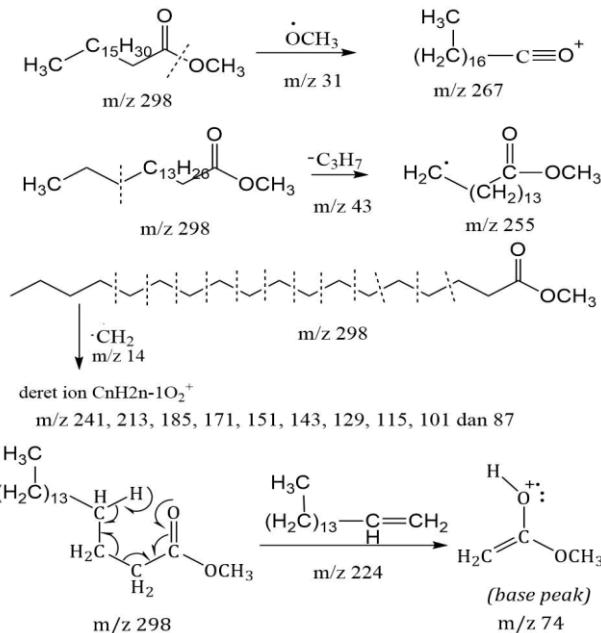
Gambar 4.13 Dugaan Fragmentasi Metil Palmitat

Hasil uji kromatogram pada $peak \text{ Rt} = 41,007$ menampilkan puncak dengan nilai m/z 298, 267, 255, 241, 213, 199, 185, 157, 143, 129, 115, 101, 87, 74, 57, 43. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7.LIB no. 209841 adalah metil stearat. Spektra MS metil stearat ditunjukkan pada gambar 4.14.



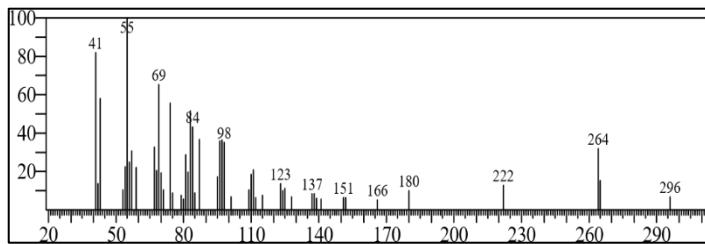
Gambar 4.14 Spektrum MS Metil Stearat

Gambar 4.14 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil stearat dengan berat mol m/z 298 berasal dari $C_{19}H_{38}O_2$. Spektra metil stearat memiliki *base peak* pada m/z 74 yang berasal dari pemutusan gugus $C_{16}H_{32}$ membentuk gugus $C_3H_6O_2^{2+}$. Dugaan fragmentasi metil stearat ditunjukkan pada gambar 4.15.



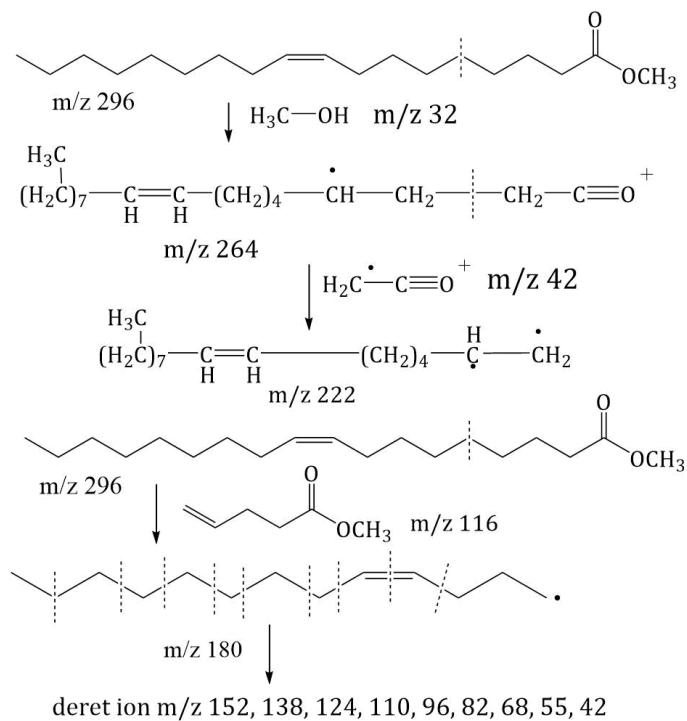
Gambar 4.15 Dugaan Fragmentasi Metil Stearat

Hasil uji kromatogram pada *peak* Rt = 41,340 menampilkan puncak dengan nilai m/z 296, 264, 222, 180, 166, 151, 137, 123, 98, 84, 69, 55, 41. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7LIB no. 207863 adalah metil oleat. Spektra MS metil oleat ditunjukkan pada gambar 4.16.



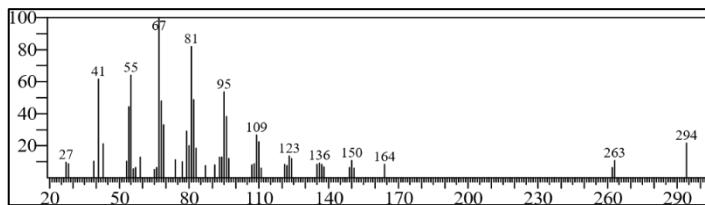
Gambar 4.16 Spektrum MS Metil Oleat

Gambar 4.16 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil oleat dengan berat mol m/z 296 berasal dari $C_{19}H_{34}O_2$. Spektra metil oleat memiliki deret ion dengan pemutusan gugus C_nH_{2n-1} membentuk gugus $C_nH_{2n-2}^{2+}$. Dugaan fragmentasi metil oleat ditunjukkan pada gambar 4.17.



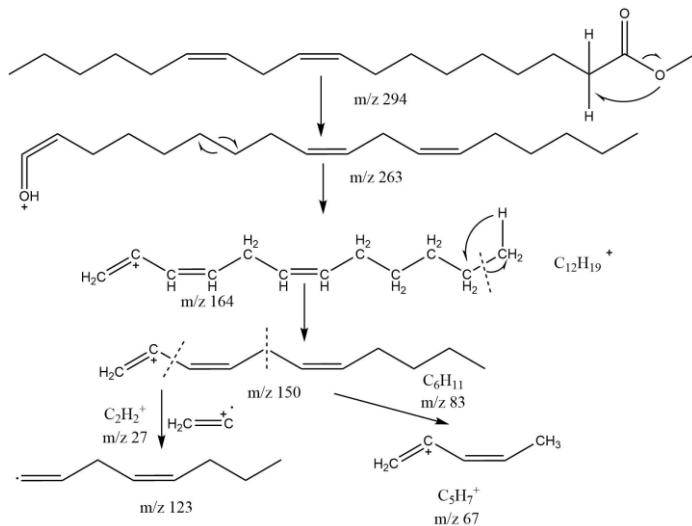
Gambar 4.17 Dugaan Fragmentasi Metil Oleat

Hasil uji kromatogram pada $peak \text{ Rt} = 42,140$ menampilkan puncak dengan nilai m/z 294, 263, 164, 150, 136, 123, 109, 95, 81, 67, 55, 41. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7.LIB no. 205817 adalah metil linoleat. Spektra MS metil linoleat ditunjukkan pada gambar 4.18.



Gambar 4.18 Spektrum MS Metil Linoleat

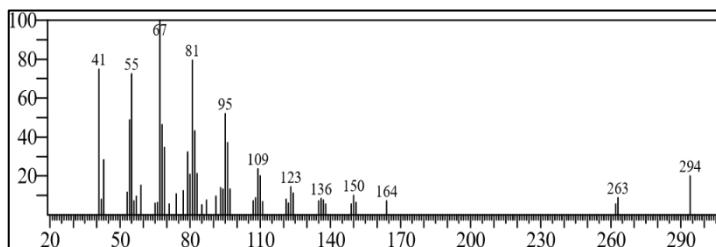
Gambar 4.18 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil linoleat dengan berat mol m/z 294 berasal dari $C_{19}H_{34}O_2$. Dugaan fragmentasi metil linoleat ditunjukkan pada gambar 4.19.



Gambar 4.19 Dugaan Fragmentasi Metil Linoleat

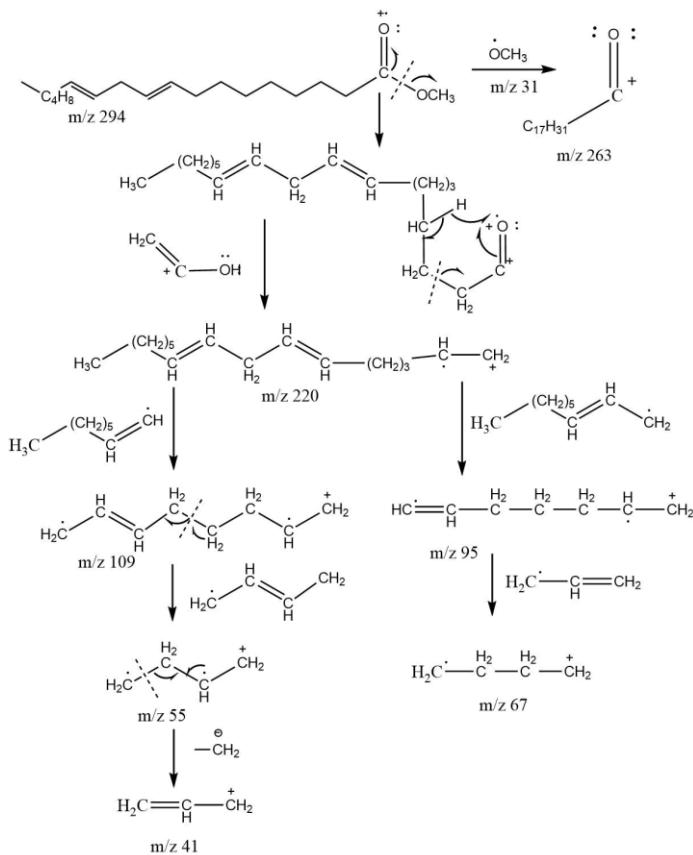
Hasil uji kromatogram pada $peak\ Rt = 42,360$ menampilkan puncak dengan nilai m/z 294, 263, 164,

150, 136, 123, 109, 95, 81, 67, 55, 41. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7.LIB no. 205821 adalah metil linolelaidat. Spektra MS metil linolelaidat ditunjukkan pada gambar 4.20.



Gambar 4.20 Spektrum MS Metil Linolelaidat

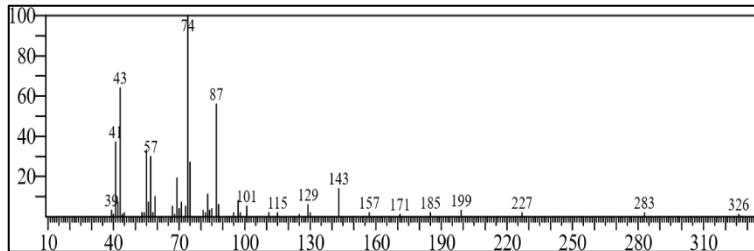
Gambar 4.20 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil linolelaidat dengan berat mol m/z 294 berasal dari $C_{19}H_{34}O_2$. Dugaan fragmentasi metil linolelaidat ditunjukkan pada gambar 4.21.



Gambar 4.21 Dugaan Fragmentasi Metil Linoleaidat

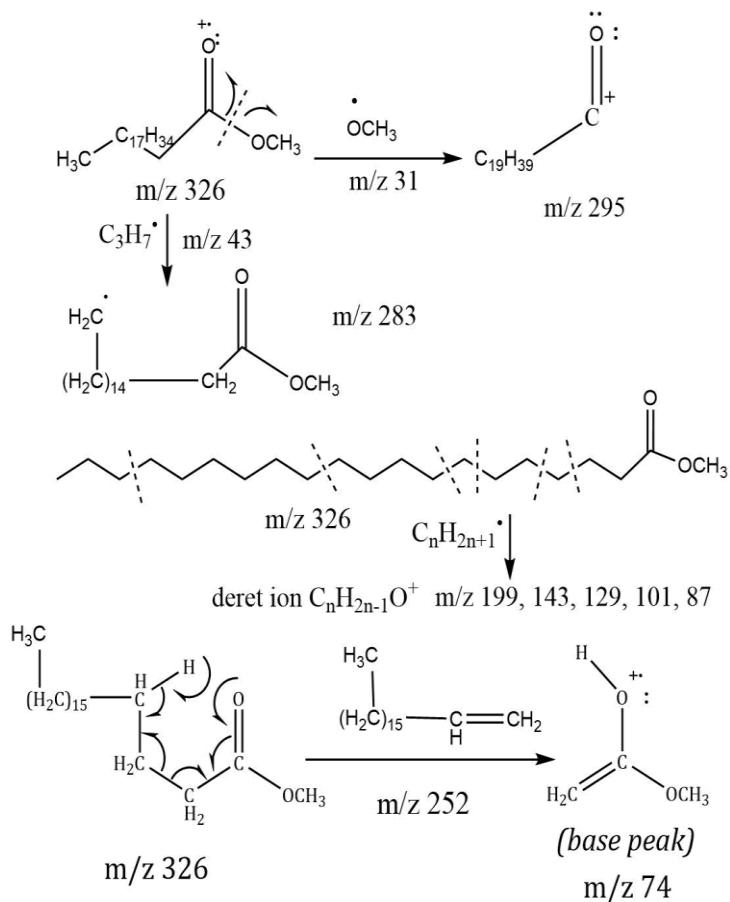
Hasil uji kromatogram pada *peak* Rt = 45,075 menampilkan puncak dengan nilai m/z 326, 295, 283, 269, 253, 241, 218, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 101, 87, 74, 67, 43, 41. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7LIB no. 235760 adalah metil eikosanoat. Spektra MS metil eikosanoat ditunjukkan

pada gambar 4.22.



Gambar 4.22 Spektrum MS Metil Eikosanoat

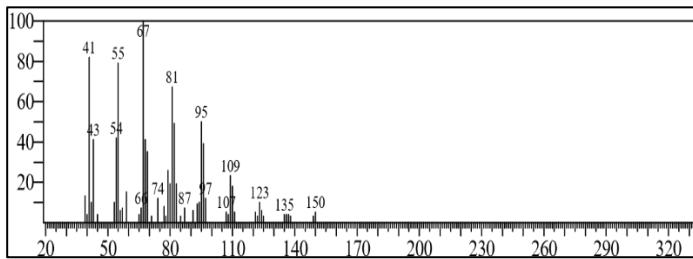
Gambar 4.22 menunjukkan bahwa spektra kromatogram metil eikosanoat dengan berat mol m/z 326 berasal dari $C_{21}H_{42}O_2$. Spektra metil eikosanoat memiliki *base peak* pada m/z 74 yang berasal dari pemutusan gugus $C_{18}H_{36}$ membentuk gugus $C_3H_6O_2^{2+}$. Dugaan fragmentasi metil eikosanoat ditunjukkan pada gambar 4.23.



Gambar 4.23 Dugaan Fragmentasi Metil Ester Eikosanoat

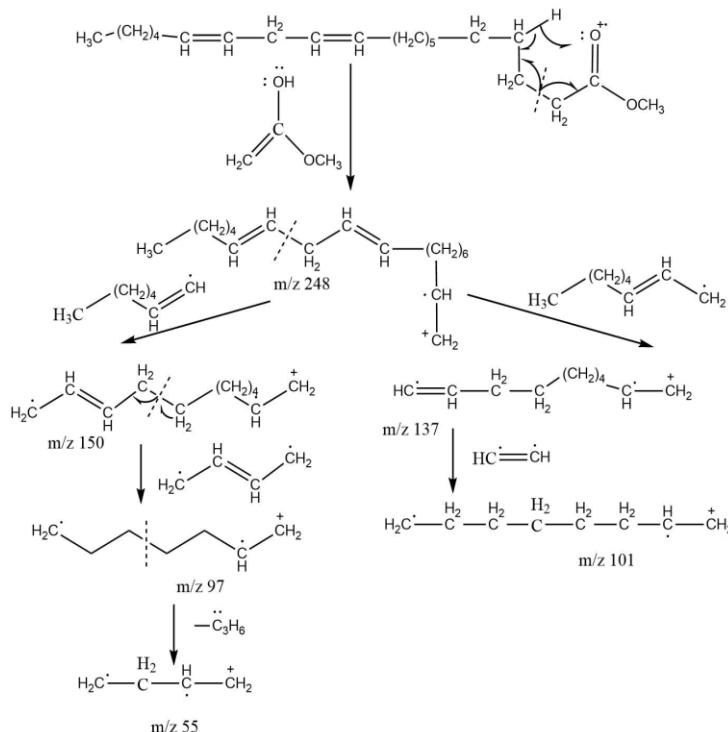
Hasil uji kromatogram pada $\text{Rt} = 54,514$ menampilkan puncak dengan nilai m/z 150, 135, 123, 109, 95, 81, 67, 55, 41. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7.LIB no. 232178 adalah metil

11, 14 eikosadienoat. Spektra MS metil 11, 14 eikosadienoat ditunjukkan pada gambar 4.24.



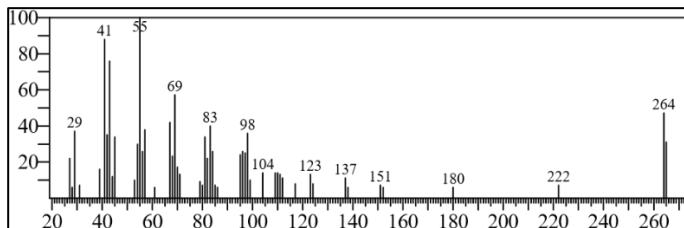
Gambar 4.24 Spektrum MS Metil 11,14-Eikosadienoat

Metil 11, 14 eikosadienoat memiliki berat mol m/z 322 berasal dari $C_{21}H_{38}O_2$. Dugaan fragmentasi metil 11, 14 eikosadienoat ditunjukkan pada gambar 4.25.



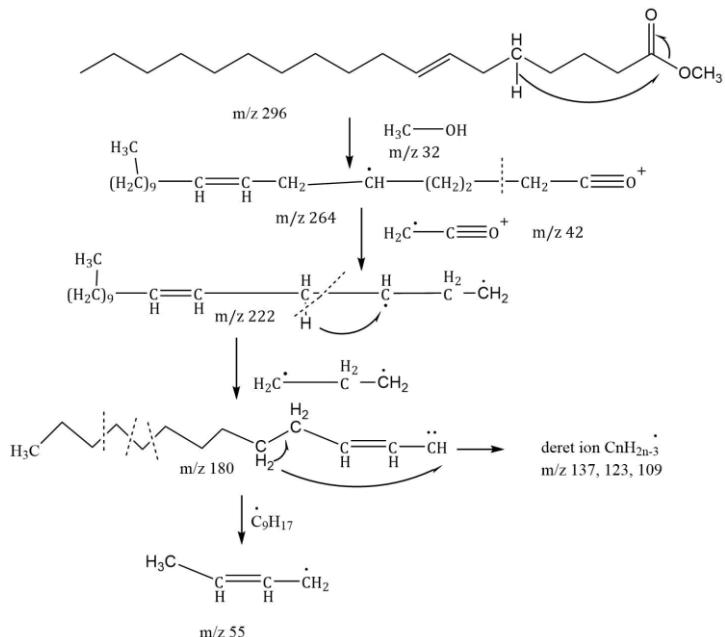
Gambar 4.25 Dugaan Fragmentasi Metil 11, 14 Eikosadienoat

Hasil uji kromatogram pada *peak* Rt = 63,160 menampilkan puncak dengan nilai m/z 264, 222, 180, 137, 123, 110, 87, 74, 69, 55, 41. Berdasarkan hasil uji, puncak cocok dengan data WILEY7.LIB no. 207514 adalah metil 7 oktadekenoat. Spektra MS metil 7 oktadekenoat ditunjukkan pada gambar 4.26.



Gambar 4.26 Spektrum MS Metil 7 Oktadekenoat

Metil 7 oktadekenoat memiliki berat mol m/z 296 berasal dari $C_{19}H_{36}O_2$. Dugaan fragmentasi metil 7 oktadekenoat ditunjukkan pada gambar 4.27.



Gambar 4.27 Dugaan Fragmentasi Metil 7 Oktadekenoat

2. Analisis % FFA, % Bilangan Asam Biodiesel dan Konversinya

Analisis FFA (*Free Fatty Acid*) dan % bilangan asam dilakukan untuk mengetahui keefektifan katalis dalam mengurangi % FFA dan % bilangan asam minyak goreng bekas terhadap hasil biodiesel. Tabel 4.6 menunjukkan bahwa % FFA terbesar pada biodiesel menggunakan katalis CaO dengan % FFA sebesar 0,76 %. Sementara % FFA terkecil pada 0,38 % pada biodiesel menggunakan katalis 15% KOH/CaO. Persentase bilangan asam terbesar 0,1076 % pada biodiesel menggunakan katalis CaO. Sementara % bilangan asam terkecil pada biodiesel menggunakan katalis 15% KOH/CaO sebesar 0,0538%. Hasil analisis bilangan asam ini sesuai dengan standar SNI 04-7182-2006 maksimal pada 0,8%. Proses transesterifikasi terhadap minyak goreng bekas menghasilkan biodiesel dengan kadar % FFA dan % bilangan asam yang lebih rendah dari minyak goreng bekas (Sinaga et al., 2014). Hasil analisis ditunjukkan pada tabel 4.6.

Tabel 4.6. Nilai Konversi, kadar FFA dan Kadar Bilangan Asam Biodiesel

Sampel	FFA (%)	Bilangan Asam (%)	Konversi FFA (%)	Konversi Bilangan Asam (%)
Minyak Goreng Bekas	0,84	0,1184	-	-
Biodiesel-CaO	0,76	0,1076	9,524	9,121
Biodiesel-10% KOH/CaO	0,57	0,0807	32,143	31,841
Biodiesel-15% KOH/CaO	0,38	0,0538	54,762	54,561

Reaksi transesterifikasi terhadap minyak goreng bekas menggunakan bantuan katalis berhasil mengonversi bilangan asam paling besar yaitu 54,561% menggunakan katalis 15% KOH/CaO, sementara katalis CaO dan 10% KOH/CaO hanya mampu mengonversi masing-masing sebesar 9,121% dan 31,841%. Selain itu, katalis 15% KOH/CaO berhasil menurunkan kadar FFA sebesar 54,762% dibandingkan katalis CaO dan 10% KOH/CaO yang hanya mampu mengonversi masing-masing sebesar 9,524% dan 32,143%. Produk biodiesel menggunakan katalis 15% KOH/CaO memiliki konversi bilangan asam paling besar dibanding katalis CaO dan 10% KOH/CaO karena hasil konversi dari minyak goreng bekas menjadi metil ester paling besar sehingga kandungan asam lemak bebas dalam biodiesel lebih sedikit (Ishaq et al., 2021).

3. Analisis Densitas

Analisis densitas atau massa jenis dilakukan untuk mengetahui apakah hasil biodiesel mengandung air. Kandungan air dapat diketahui jika densitas biodiesel 1 g/cm³. Densitas biodiesel sesuai standar mutu biodiesel SNI 7182:2015 berkisar pada 0,850 g/cm³ sampai 0,890 g/cm³ (Busyairi et al., 2020). Selain itu, biodiesel yang memiliki densitas tinggi menyebabkan nilai kalor dalam biodiesel rendah yang menyebabkan kurang sempurnanya pembakaran (Prasetyo, 2018). Hasil analisis densitas biodiesel telah sesuai dengan standar SNI Biodiesel yang ditetapkan dimana biodiesel menggunakan katalis CaO memiliki densitas paling tinggi sebesar 0,875 g/cm³ sedangkan katalis 10% dan 15% KOH/CaO memiliki densitas masing-masing sebesar 0,859 g/cm³ dan 0,854 g/cm³. Densitas biodiesel yang dihasilkan pada penelitian ini ditunjukkan pada tabel 4.7.

Tabel 4.7. Nilai Densitas Biodiesel

Sampel	Densitas Biodiesel (g/cm ³)	Standar SNI (g/cm ³)
Biodiesel-CaO	0,875	0,850-0,890
Biodiesel-10% KOH/CaO	0,859	
Biodiesel-15% KOH/CaO	0,854	

Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi nilai densitas biodiesel yaitu penggunaan katalis basa berlebih yang mengakibatkan reaksi saponifikasi, kandungan gliserol yang belum terpisah dengan metil ester, proses pencucian dan pemurnian hasil biodiesel yang kurang sempurna akan mengakibatkan nilai densitas biodiesel tinggi (Busyairi et al., 2020).

4. Analisis Viskositas

Analisis viskositas dapat mengetahui kekentalan dari produk biodiesel. Viskositas menunjukkan nilai besarnya hambatan dari sampel cairan untuk mengalir. Nilai viskositas harus berada di antara nilai tertentu 2,3 – 6,0 cSt sesuai SNI 7182:2015 agar biodiesel dapat terbakar dengan baik. Jika terlalu kental, biodiesel tidak akan terbakar dengan sempurna (Laila & Oktavia, 2017). Hasil analisis viskositas dapat menunjukkan keterkaitan dengan densitas, dimana saat densitas besar maka akan semakin kental biodieselnnya (Anggraini & Hijriah, 2019). Hasil analisis viskositas biodiesel dapat dilihat pada tabel 4.8.

Tabel 4.8. Nilai Viskositas Biodiesel

Sampel	Viskositas Biodiesel (cSt)	Standar SNI (cSt)
Biodiesel-CaO	4,38	2,3 – 6,0
Biodiesel-10% KOH/CaO	4,82	
Biodiesel-15% KOH/CaO	4,64	

Tabel 4.8 menunjukkan bahwa hasil sintesis biodiesel menggunakan katalis 10% KOH/CaO memiliki viskositas yang paling tinggi sebesar 4,82 cSt. Sementara hasil sintesis biodiesel menggunakan katalis CaO dan 15% KOH/CaO memiliki nilai viskositas masing-masing sebesar 4,38 cSt dan 4,64 cSt. Hasil analisis ini berarti bahwa biodiesel yang dihasilkan telah memenuhi SNI biodiesel diantara 2,3 sampai 6,0 cSt.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa:

- 1) Hasil sintesis katalis CaO, 10% KOH/CaO dan 15% KOH/CaO berbahan dasar cangkang keong sawah telah berhasil dilakukan. Namun masih terdapat pengotor berupa CaCO_3 dan Ca(OH)_2 karena kurang sempurnanya reaksi saat sintesis dan reaksi katalis terhadap udara. Hal ini ditunjukkan pada hasil karakterisasi XRD dan FT-IR yang menampilkan pola difraksi serta spektrum lain selain CaO yaitu berupa CaCO_3 dan Ca(OH)_2 .
- 2) Aktivitas katalitik katalis KOH/CaO dari keong sawah pada produksi biodiesel dari minyak goreng bekas menunjukkan bahwa semua katalis KOH/CaO aktif mengkonversi minyak goreng bekas menjadi biodiesel, dengan *yield FAME* yang dihasilkan lebih tinggi di bandingkan aktivitas katalitik katalis CaO. Aktivitas katalitik tertinggi ada pada katalis 15% KOH/CaO dengan *yield* biodiesel sebesar 82,48%. Tingginya aktivitas katalitik pada 15% KOH/CaO karena nilai kebasaan yang tinggi yang dapat meningkatkan aktivitas katalitik reaksi

transesterifikasi pada produksi biodiesel dari minyak goreng bekas.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian, dapat dikatakan berhasil dalam mensintesis minyak goreng bekas menjadi biodiesel. Namun masih terdapat hal-hal yang dapat dikembangkan dalam penelitian berikutnya sehingga didapat hasil yang lebih baik yaitu

- 1) Penambahan variasi waktu reaksi minyak goreng bekas menjadi biodiesel.
- 2) Penambahan variasi perbandingan campuran metanol-etanol yang digunakan saat sintesis minyak goreng bekas menjadi biodiesel.
- 3) Penambahan variasi waktu dan suhu kalsinasi saat sintesis katalis.
- 4) Penambahan variasi penambahan padatan KOH saat impregnasi katalis.
- 5) Penambahan variasi rasio molar antara minyak dan pelarut yang digunakan saat sintesis minyak goreng bekas menjadi biodiesel.
- 6) Pengujian *flash point* hasil biodiesel.

DAFTAR PUSTAKA

Al-An'am : 141. (n.d.).

- Albuquerque, M. C. G., Jiménez-Urbistondo, I., Santamaría-González, J., Mérida-Robles, J. M., Moreno-Tost, R., Rodríguez-Castellón, E., Jiménez-López, A., Azevedo, D. C. S., Cavalcante, C. L., & Maireles-Torres, P. (2008). CaO supported on mesoporous silicas as basic catalysts for transesterification reactions. *Applied Catalysis A: General*, 334(1–2), 35–43.
<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2007.09.028>
- Amin, M. (2016). Wawasan Al-Quran Tentang Manusia Dan Lingkungan Hidup Sebuah Kajian Tafsir Tematik. *Jurnal Nizham*, 05(02), 190.
- Andriansyah, I., Wijaya, H. N. M., & Purwaniati, P. (2021). ANALISIS ADULTERAN PADA KOPI LUWAK DENGAN METODE Fourier Transform Infrared (FTIR). *Jurnal Kimia Riset*, 6(1), 26–38.
<https://doi.org/10.20473/jkr.v6i1.23397>
- Anggraini, I. F., & Hijriah, A. Y. (2019). Pengaruh Variasi Jumlah Metanol Dalam Reaksi Pembuatan Biodiesel Dari Fraksi Stearin Minyak Sawit. *Jurnal Teknik Patra Akademika*, 10(01), 33–40.
<https://doi.org/10.52506/jtpa.v10i01.85>
- Astra, I. M. (2010). ENERGI DAN DAMPAKNYA TERHADAP LINGKUNGAN. *Jurnal Meteorologi Dan Geofisika*, 11(2), 127–135. <https://doi.org/10.31172/jmg.v11i2.72>
- Astuti, N. K. D., Simpen, I. N., & Suarsa, I. W. (2019). TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI KARET (*Hevea brasiliensis*) MENGGUNAKAN KATALIS HETEROGEN CANGKANG KEPITING LIMBAH SEAFOOD TERMODIFIKASI K₂O. *Jurnal Kimia*, 13(1), 1.
<https://doi.org/10.24843/jchem.2019.v13.i01.p01>

- Aziz, I. (2007). Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Kimia VALENSI*, 1(1), 19–23.
<https://doi.org/10.15408/jkv.v1i1.209>
- Buchori, L., Istadi, I., Purwanto, P., Marpaung, L. C., & Safitri, R. L. (2018). Roles of K₂O on the CaO-ZnO Catalyst and Its Influence on Catalyst Basicity for Biodiesel Production. *E3S Web of Conferences*, 31(3), 0–3.
<https://doi.org/10.1051/e3sconf/20183102009>
- Busyairi, M., Muttaqin, A. Z., Meicahyanti, I., & Saryadi, S. (2020). Potensi Minyak Jelantah Sebagai Biodiesel dan Pengaruh Katalis Serta Waktu Reaksi Terhadap Kualitas Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi. *Jurnal Serambi Engineering*, 5(2), 933–940.
<https://doi.org/10.32672/jse.v5i2.1920>
- Cho, Y. B., Seo, G., & Chang, D. R. (2009). Transesterification of tributyrin with methanol over calcium oxide catalysts prepared from various precursors. *Fuel Processing Technology*, 90(10), 1252–1258.
<https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2009.06.007>
- Daniel, C., Araújo, M. De, Andrade, C. C. De, Souza, E. De, & Dupas, F. A. (2013). Biodiesel production from used cooking oil : A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 27, 445–452.
<https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.06.014>
- Darmanto, S., & Sigit, I. (2006). Analisa Biodiesel Minyak Kelapa Sebagai Bahan Bakar Alternatif Minyak Diesel. *Jurnal Traksi*, 4(2), 64.
- Delvita, H., Djamas, D., & Ramli. (2015). PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK KALSIUM KARBONAT (CaCO₃) DALAM CANGKANG KEONG SAWAH (Pila ampullacea) YANG TERDAPAT DI

- KABUPATEN PASAMAN. *PILLAR OF PHYSICS*, 6, 17–24.
- Erchamo, Y. S., Mamo, T. T., & Workneh, G. A. (2021). Improved biodiesel production from waste cooking oil with mixed methanol – ethanol using enhanced eggshell - derived CaO nano - catalyst. *Scientific Reports*, 1–12. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-86062-z>
- Falivene, L., Kozlov, S. M., & Cavallo, L. (2018). Constructing Bridges between Computational Tools in Heterogeneous and Homogeneous Catalysis. *ACS Catalysis*, 8(6), 5637–5656. <https://doi.org/10.1021/acscatal.8b00042>
- Fatmawati, H., Puspitasari, W., Pujiarti, R., Ardyanti, S., & Fatimah, I. (2018). The Effect of CaO Weight from Snail Shell (*Pilla Ampullacea*) On Its Activity As Heterogeneous Catalyst on Biodiesel Conversion Of Bran Oil. *EKSAKTA: Journal of Sciences and Data Analysis*, 18, 64–73. <https://doi.org/10.20885/eksakta.vol18.iss1.art7>
- Fitri, N., & Utami, B. (2017). Sintesis dan Analisis Spektra IR , Difraktogram XRD , SEM pada Material Katalis Berbahan Ni / zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Impregnasi. *Journal Cis-Trans (JC-T) Volume*, 1(1), 35–39.
- Fitriyana, L. A., Soeprondo, & Kadarwati, S. (2012). Produksi Biodiesel dari Dedak Padi (Rice Bran) Melalui Dua Tahap Reaksi IN-SITU. *Indonesian Jorunal Of Chemical Science*, 1(2), 141–146.
- Gani Rachim, S. A., Raya, I., & Zakir, M. (2017). Modifikasi Katalis CaO Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Bekas. *Indo. J. Chem. Res.*, 5(1), 47–52. <https://doi.org/10.30598//ijcr.2017.5-sit>
- Haryanto, A., Silviana, U., Triyono, S., & Prabawa, S. (2015). Produksi Biodiesel Dari Transesterifikasi Minyak

Jelantah Dengan Bantuan Gelombang Mikro: Pengaruh Intensitas Daya Dan Waktu Reaksi Terhadap Rendemen Dan Karakteristik Biodiesel. *Jurnal Agritech*, 35(02), 234. <https://doi.org/10.22146/agritech.13792>

Helwani, Z., Zahrina, I., Amraini, S. Z., Sianturi, R. I., Idroes, G. M., Muslem, & Idroes, R. (2021). CaO from chicken eggshell supported on activated carbon and KOH (CaO/C/KOH) as catalyst for biodiesel production from off grade palm oil. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1087(1), 012053. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/1087/1/012053>

Ishaq, M., Ridwan, & Gazali, A. (2021). Pengaruh Katalis KOH Terhadap Kualitas Sintesis Biodiesel Minyak Jelantah. *Saintis*, 2(2), 65–71.

Kouzu, M., Kasuno, T., M., T., Y., S., S., Y., & J., H. (2008). Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production. *Fuel*, 87(12), 2798 – 2806.

Kuncahyo, P., Fathallah, A. Z. M., & Semin. (2013). ANALISA PREDIKSI POTENSI BAHAN BAKU BIODIESEL SEBAGAI SUPLEMEN BAHAN BAKAR MOTOR DIESEL DI INDONESIA. *JURNAL TEKNIK POMITS*, 2(1), 1–10.

Laila, L., & Oktavia, L. (2017). Kaji Eksperimen Angka Asam Dan Viskositas Biodiesel Berbahan Baku Minyak Kelapa Sawit Dari Pt Smart Tbk. *Jurnal Teknologi Proses Dan Inovasi Industri*, 2(1), 3–6. <https://doi.org/10.36048/jtpii.v2i1.2245>

Li, F., Lu, A., & Wang, J. (2017). Modeling of chromium, copper, zinc, arsenic and lead using portable X-ray fluorescence spectrometer based on discrete wavelet transform. *International Journal of Environmental Research and*

- Public Health*, 14(10).
<https://doi.org/10.3390/ijerph14101163>
- Liu, X., He, H., Wang, Y., Zhu, S., & Piao, X. (2008). Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. *Fuel*, 87(2), 216–221.
<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2007.04.013>
- Lotero, E., Liu, Y., Lopez, D. E., Suwannakarn, K., Bruce, D. A., & Goodwin, J.G., J. (2005). Synthesis of Biodiesel via Acid Catalysis. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 44(14), 5353–5363.
- Lutfhi. (2009). PEMBUATAN KATALIS HETEROGEN NaOH/ZEOLIT UNTUK SINTESIS BIODIESEL MELALUI REAKSI TRANSESTERIFIKASI. *Skripsi*, 1–46.
- Mawarani, L. J., Sihombing, T. A., Risanti, D. D., Massadeh, M. I., & Prananto, D. (2021). Utilization of chicken eggshells as catalyst in biodiesel synthesis from waste cooking oil. *Proceedings of the Pakistan Academy of Sciences: Part A*, 58(S), 85–92. [https://doi.org/10.53560/PPASA\(58-sp1\)737](https://doi.org/10.53560/PPASA(58-sp1)737)
- Miao, X., & Wu, Q. (2005). *Biodiesel production from heterotrophic microalgal oil*.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.04.008>
- Mirghiasi, Z., Bakhtiari, F., & Darezereshki, E. (2014). Journal of Industrial and Engineering Chemistry Preparation and characterization of CaO nanoparticles from Ca (OH)² by direct thermal decomposition method. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20(1), 113–117.
<https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.04.018>
- Mirzayanti, Y. W., Udyani, K., Cahyaningsih, R., & Darmawan, M. P. T. (2022). KONVERSI MINYAK BIJI KAPUK MENJADI BIODIESEL MENGGUNAKAN KATALIS

- CaO/HTC. *Jurnal Rekayasa Mesin*, 13(2), 417–425.
<https://doi.org/10.21776/jrm.v13i2.1045>
- Munasir, M., Triwikantoro, T., Zainuri, M., & Darminto, D. (2012). UJI XRD DAN XRF PADA BAHAN MENERAL (BATUAN DAN PASIR) SEBAGAI SUMBER MATERIAL CERDAS (CaCO₃ DAN SiO₂). *Jurnal Penelitian Fisika Dan Aplikasinya (JPFA)*, 2(1), 20.
<https://doi.org/10.26740/jpfa.v2n1.p20-29>
- Niju, S., Meera Sheriffa Begum, K. M., & Anantharaman, N. (2014). Enhancement of biodiesel synthesis over highly active CaO derived from natural white bivalve clam shell. *Arabian Journal of Chemistry*, 9(5), 633–639.
<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.06.006>
- Oko, S., & Feri, M. (2019). *PENGEMBANGAN KATALIS CaO DARI CANGKANG TELUR AYAM DENGAN IMPREGNASI KOH DAN APLIKASINYA TERHADAP PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JARAK*. 11(2), 103–110.
- Ooi, C. Y., Hamdi, M., & Ramesh, S. (2007). Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone. *Ceramics International*, 33(7), 1171–1177.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2006.04.001>
- Ortega, M. B., Hurtado, A. C., & Giraldo Duarte, S. A. (2011). Triglyceride transesterification in heterogeneous reaction system with calcium oxide as catalyst | Transesterificación de triglicéridos en el sistema de reacción heterogénea con óxido de calcio como catalizador. *Revista Facultad de Ingeniería*, 57, 7–13.
- Praputri, E., Sundari, E., Firdaus, F., & Sofyan, S. (2018). Penggunaan katalis homogen dan heterogen pada proses hidrolisis pati umbi singkong karet menjadi glukosa The

- use of homogeneous and heterogeneous catalysts in hydrolysis process of rubber cassava starch into glucose. *Jurnal Litbang Industri*, 105–110.
- Prasetyo, J. (2018). STUDI PEMANFAATAN MINYAK JELANTAH SEBAGAI BAHAN BAKU PEMBUATAN BIODIESEL. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia UNPAM*, 2(2).
- Putra, I. M. W. A. (2017). *Pembuatan dan Karakterisasi Katalis CaO/Zeolit Alam*. 1(1), 12–18.
- Raqeeb, M. A., & Bhargavi, R. (2019). Biodiesel production from waste cooking oil. *Green Processing and Synthesis*, 8(1), 828–836. <https://doi.org/10.1515/gps-2019-0053>
- Rigaku, C. (2016). *Standardless FP Analysis of Plant, Animal and Food Samples Applying Corrections Using Scattering X-rays*. 1–4.
- Rosika, K., Dian, A., & Djoko, K. (2007). Pengujian Kemampuan XRF untuk Analisis Komposisi Unsur Paduan Zr-Sn-Cr-Fe-Ni. *Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Nuklir PTNBR – BATAN Bandung, 17 – 18 Juli 2007*, 17–18.
- Sahu, G., Saha, S., Datta, S., Chavan, P., & Naik, S. (2017). Methanolysis of Jatropha curcas oil using K₂CO₃/CaO as a solid base catalyst. *Turkish Journal of Chemistry*, 41(6), 845–861. <https://doi.org/10.3906/kim-1701-13>
- Saka, S., & Kusdiana, D. (2001). *Biodiesel fuel from rapeseed oil as prepared in supercritical methanol*. 80, 225–231.
- Santoso, A. A., & Dewi, A. K. (2015). PEMBUATAN KATALIS PADAT K/ γ -Al₂O₃ UNTUK PROSES TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA SAWIT RBD. *Skripsi*.

- Santoso, H., Kristianto, I., & Setyadi, A. (2013). *Pembuatan Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen Berbahan Dasar Kulit Telur.*
- Sartika, A., Nurhayati, & Muhdarina. (2015). ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS DENGAN KATALIS CaO DARI CANGKANG KERANG DARAH : VARIASI KONDISI ESTERIFIKASI. *Jurnal Kimia*, 2(1), 178–185.
- Schuchrdt, U., & Secheli, R. (1998). Transesterification of Vegetable Oil: a review. In *J Bras. Chem.Soc.* 9.
- Setyawati, A., & Artsanti, P. (2019). PENGGUNAAN CAMPURAN METANOL-ETANOL PADA SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH DENGAN METODE ELEKTROLISIS. *Indonesian Journal of Materials Chemistry*, 2(1), 5–9.
- Sinaga, S. V., Haryanto, A., & Triyono, S. (2014). Pengaruh Suhu Dan Waktu Reaksi Pada Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah. *Jurnal Teknik Pertanian Lampung*, 3(1), 27–34. <http://www.youtube.com>
- Suprapto, Fauziah, T. R., Sangi, M. S., Oetami, T. P., Qoniah, I., & Prasetyoko, D. (2016). Calcium oxide from limestone as solid base catalyst in transesterification of Reutealis trisperma oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(2), 208–213. <https://doi.org/10.22146/IJC.21165>
- Suryandari, A. S., Ardiansyah, Z. R., Nurmala, V., Putri, A., Arfiansyah, I., Mustain, A., Dewajani, H., & Mufid. (2021). Sintesis Biodiesel melalui Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas Berbasis Katalis Heterogen CaO dari Limbah Cangkang Telur Ayam. *Jurnal Rekayasa Bahan Alam Dan Energi Terbarukan*, 5(1), 22–27.
- Wei, Z., Xu, C., & Li, B. (2009). Application of waste eggshell as low-cost solid catalyst for biodiesel production.

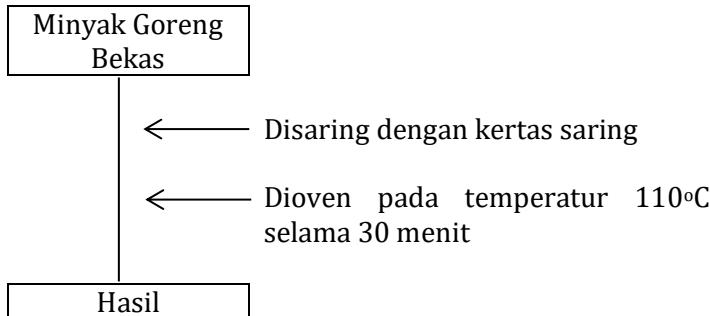
- Bioresource Technology*, 100(11), 2883–2885.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.12.039>
- Weng, X., Cui, Y., Shaikhutdinov, S., & Freund, H. J. (2019). CO₂ Adsorption on CaO(001): Temperature-Programmed Desorption and Infrared Study [Research-article]. *Journal of Physical Chemistry C*, 123(3), 1880–1887.
<https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.8b11415>
- WHITTIG, L. D., & ALLARDICE, W. R. (1986). X-Ray Diffraction Techniques. *Methods in Experimental Physics*.
[https://doi.org/10.1016/S0076-695X\(08\)60319-1](https://doi.org/10.1016/S0076-695X(08)60319-1)
- Widiarti, N., & Kusumastuti, E. (2015). MODIFIKASI KATALIS CaO DENGAN SrO PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH MENJADI BIODIESEL MENGGUNAKAN. *Jurnal MIPA Unnes*, 38(1), 49–56.
- Wu, X., Zhu, F., Qi, J., Zhao, L., Yan, F., & Li, C. (2017). Challenge of biodiesel production from sewage sludge catalyzed by KOH, KOH/activated carbon, and KOH/CaO. *Frontiers of Environmental Science and Engineering*, 11(2), 1–11.
<https://doi.org/10.1007/s11783-017-0913-y>
- Yoosuk, B., Udomsap, P., Puttasawat, B., & Krasae, P. (2010). Modification of calcite by hydration-dehydration method for heterogeneous biodiesel production process: The effects of water on properties and activity. *Chemical Engineering Journal*, 162(1), 135–141.
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.05.013>
- Yusrizal, M. L., Afisna, L. P., Kristian, K. P., Setiawan, A., Nurhapiyah, & Zahra, S. A. (2022). UJI EKSPERIMENT KARAKTERISTIK MINYAK JELANTAH (Cooking Oil) PADA BIODIESEL. *Jurnal Ilmiah Penalaran Dan Penelitian Mahasiswa*, 6(1), 53–63.
- Zhu, H., Wu, Z., Chen, Y., Zhang, P., Duan, S., Liu, X., & Mao, Z.

(2006). Preparation of biodiesel catalyzed by solid super base of calcium oxide and its refining process. *Chinese Journal of Catalysis*, 27(5), 391 – 392.

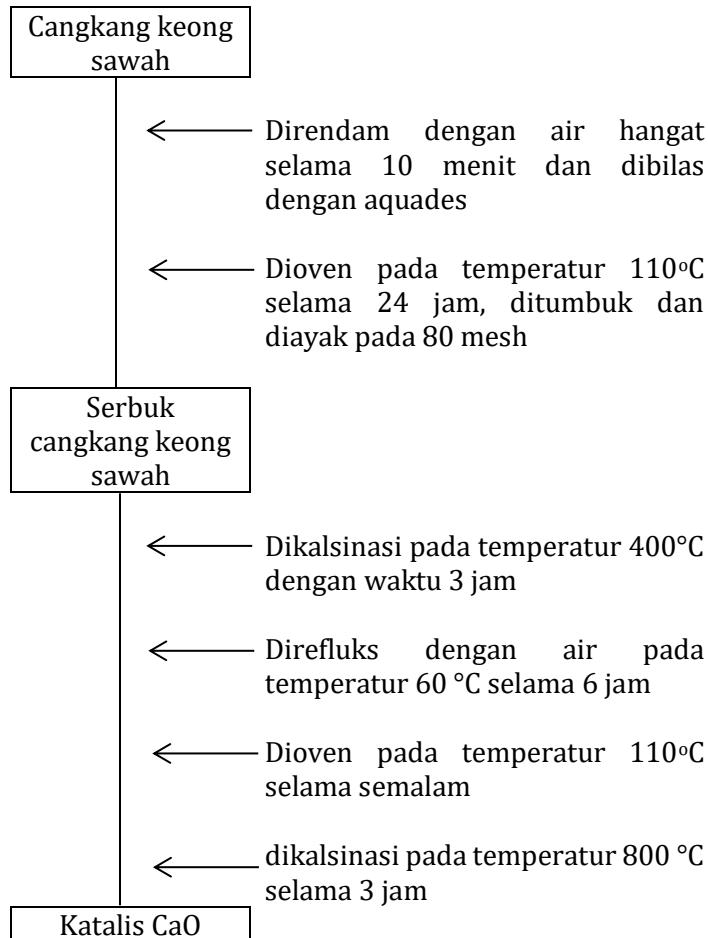
LAMPIRAN

Lampiran I. Diagram Alir Prosedur Kerja

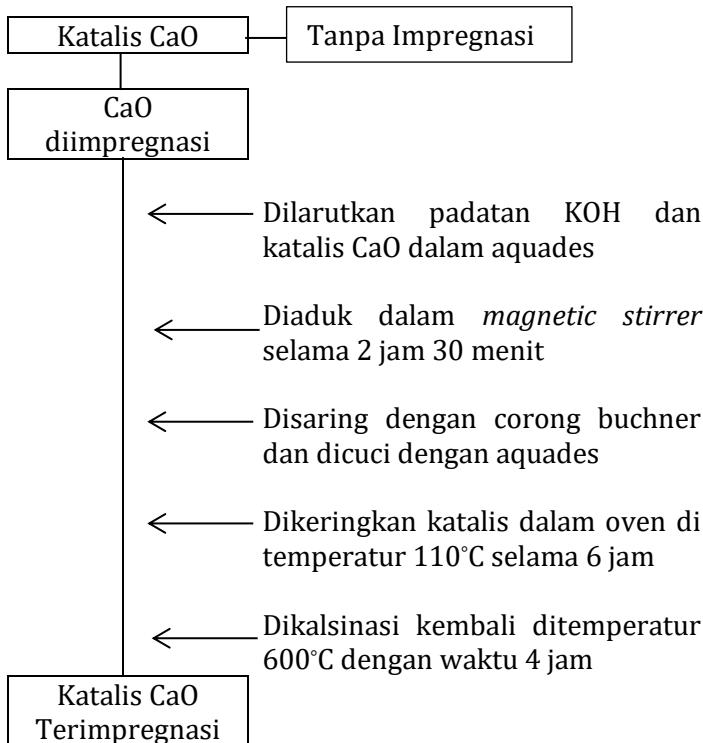
1. *Pretreatment Sampel Minyak Goreng Bekas*



2. Sintesis Katalis

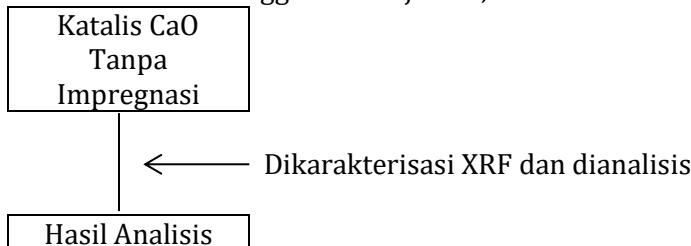


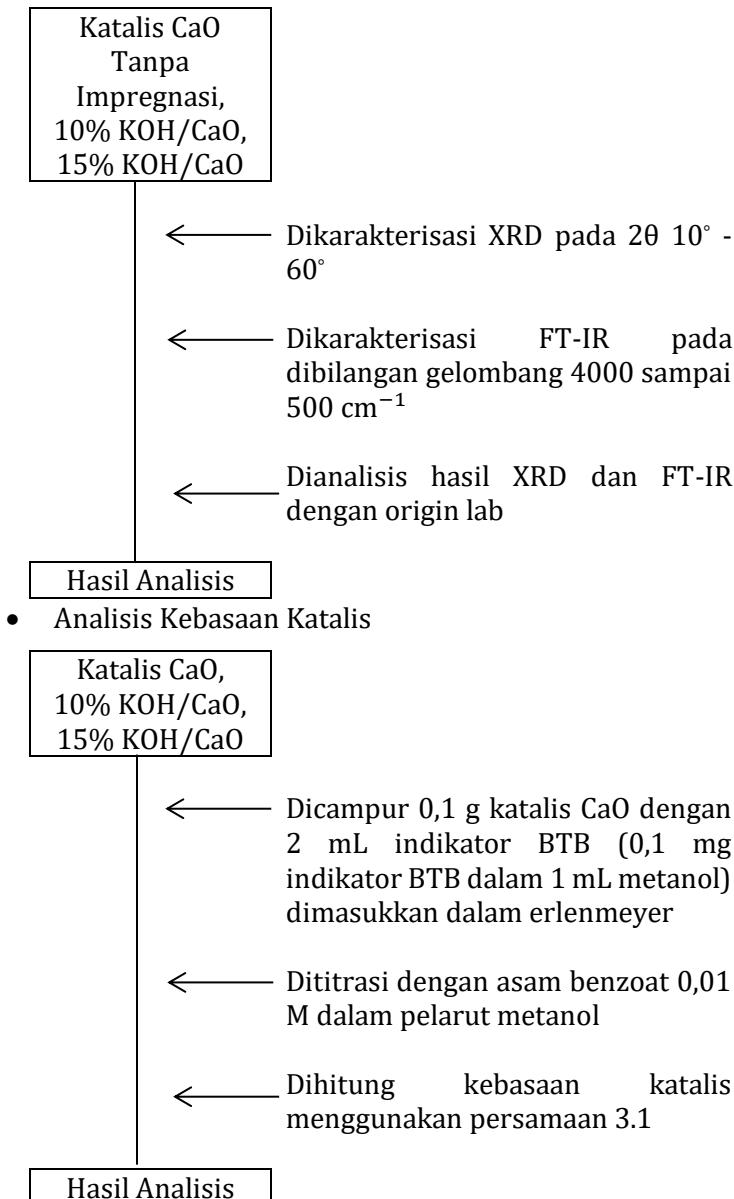
3. Sintesis Katalis KOH/CaO 10 % dan 15 % Secara Impregnasi



4. Karakterisasi Katalis

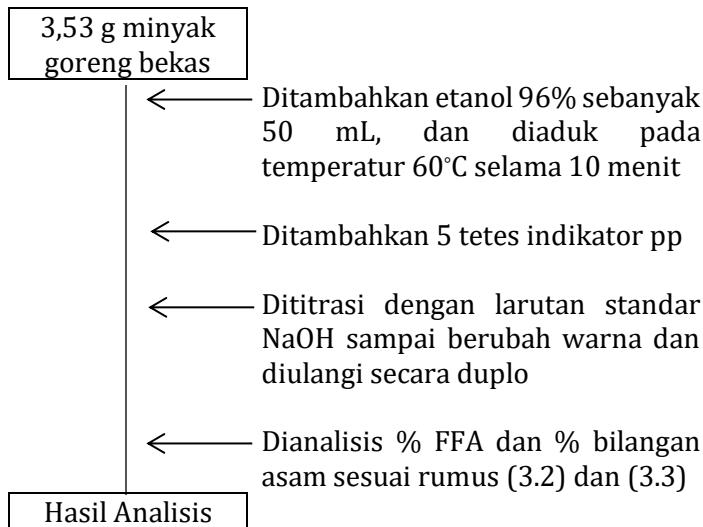
- Karakterisasi menggunakan uji XRD, XRF dan FT-IR



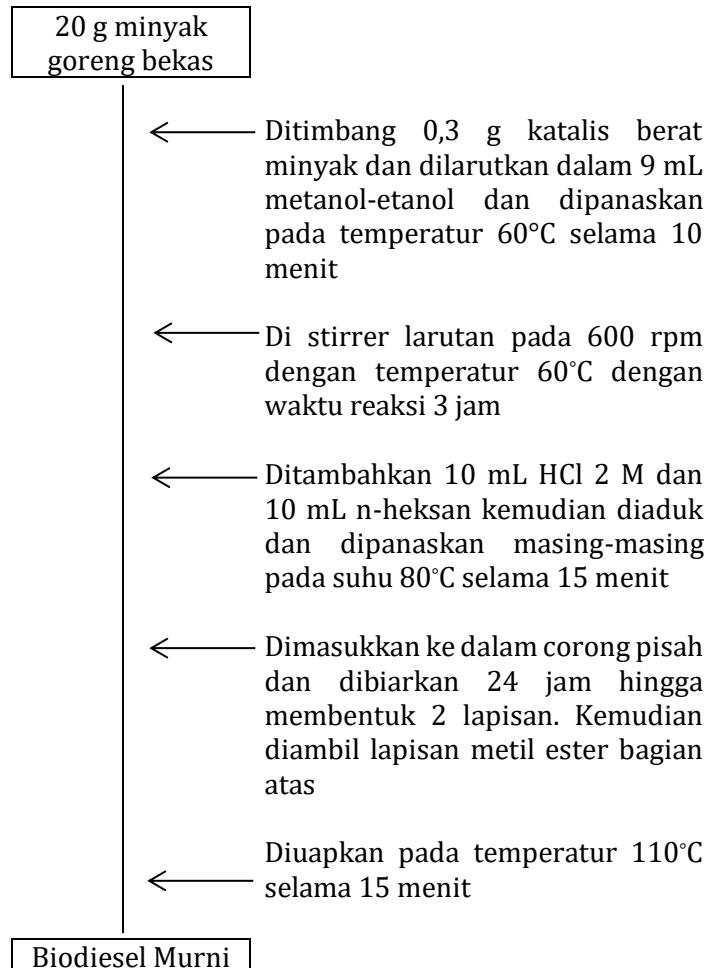


5. Sintesis Biodiesel

a. Menentukan persentase asam lemak bebas

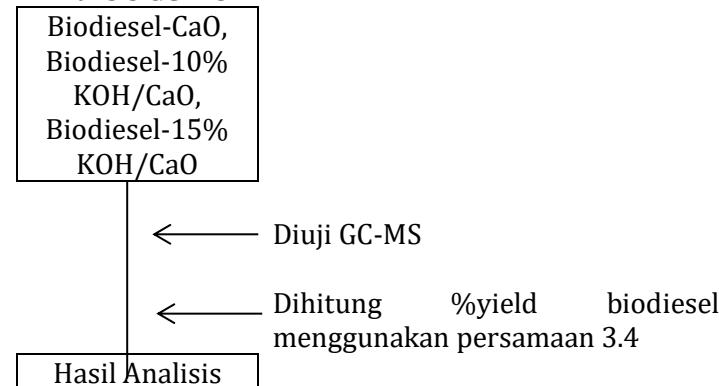


b. Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas

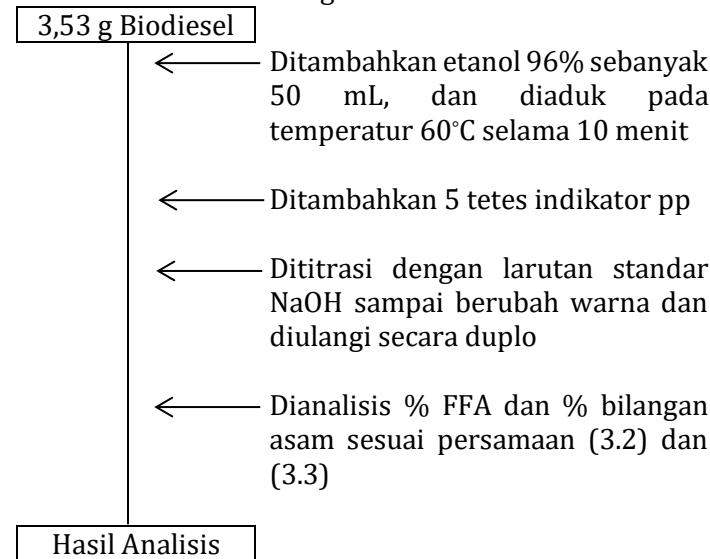


6. Analisis Produk Biodiesel

- Analisis GC-MS



- Analisis FFA dan Bilangan Asam



- Analisis Densitas

Piknometer

10 mL

← Dibersihkan dan dikeringkan

← Ditimbang piknometer kosong

← Dimasukkan biodiesel yang telah dipanaskan pada suhu 40°C dan ditutup hingga tidak muncul gelembung udara

← Ditimbang dan dihitung densitas biodiesel

Hasil Analisis

- **Analisis Viskositas**

Viskometer

- ← Dibersihkan dan dikeringkan
- ← Dirangkai diatas penangas air dengan temperatur 40°C
- ← Dimasukkan 10 mL biodiesel
- ← Dihisap biodiesel menggunakan ball filler sampai tanda batas A
- ← Dibiarkan biodiesel turun dari tanda batas A waktu mulai dihitung
- ← Dihentikan waktu saat melewati batas B
- ← Dianalisis data waktu menggunakan persamaan 3.6 dan 3.7

Hasil Analisis

Lampiran II. Dokumentasi Penelitian



Cangkang keong sawah



Penghalusan cangkang



Pengayakan cangkang



Proses kalsinasi dengan furnace



Proses hidrolisis katalis



Pengovenan setelah hidrolisis



Hasil kalsinasi CaO 800°C



Impregnasi CaO dengan KOH



Uji kebasaan katalis



Proses sintesis biodiesel



3 lapisan setelah sintesis biodiesel



Proses pencucian biodiesel



2 lapisan setelah pencucian

Proses pemurnian
biodiesel



Hasil Biodiesel



Uji densitas



Uji asam lemak bebas biodiesel



Uji viskositas

Lampiran IIIII. Analisis Perhitungan

A. Perhitungan Pembuatan 10% dan 15% KOH/CaO

1. 10% KOH/CaO

- Diketahui :
- Massa CaO yang dimiliki: 15 g
- Ditanya : Massa KOH dan massa CaO yang dibutuhkan?
- Jawab :

$$\text{Massa KOH} = \frac{10}{100} \times 15 \text{ g} = 1,5 \text{ g}$$

$$\text{Massa CaO yang dibutuhkan} = (15 - 1,5) \text{ g} = 13,5 \text{ g}$$

2. 15% KOH/CaO

- Diketahui :
- Massa CaO yang dimiliki: 15 g
- Ditanya : Massa KOH dan massa CaO yang dibutuhkan?
- Jawab :

$$\text{Massa KOH} = \frac{15}{100} \times 15 \text{ g} = 2,25 \text{ g}$$

$$\text{Massa CaO yang dibutuhkan} = (15 - 2,25) \text{ g} = 12,75 \text{ g}$$

B. Analisis Kebasaan Katalis

- Diketahui

Massa katalis : 0,1 g

Konsentrasi larutan asam benzoat : 0,01 mmol/ml

$$\text{Rumus Kebasaan (mmol} \cdot \text{g}^{-1}\text{)} = \frac{\text{V asam benzoat} \times \text{C}}{\text{W Katalis}}$$

- Ditanya : Kebasaan katalis ?

- Jawab :

1. CaO

Volume asam benzoat yang dibutuhkan :

$$V_1 = 31,9 \text{ mL}; V_2 = 32,7 \text{ mL}; V_3 = 31,3 \text{ mL}$$

$V_{\text{rata-rata}} = 31,96 \text{ mL}$ maka,

$$\text{Kebasaan (mmol} \cdot \text{g}^{-1}\text{)} = \frac{31,96 \text{ mL} \times 0,01 \frac{\text{mmol}}{\text{ml}}}{0,1 \text{ g}}$$

$$= 3,196 \text{ mmol} \cdot \text{g}^{-1}$$

2. 10% KOH/CaO

Volume asam benzoat yang dibutuhkan :

$$V_1 = 33,5 \text{ mL}; V_2 = 33,5 \text{ mL}; V_3 = 33,6 \text{ mL}$$

$V_{\text{rata-rata}} = 33,53 \text{ mL}$ maka,

$$\text{Kebasaan (mmol} \cdot \text{g}^{-1}\text{)} = \frac{33,53 \text{ mL} \times 0,01 \frac{\text{mmol}}{\text{ml}}}{0,1 \text{ g}} \\ = 3,353 \text{ mmol} \cdot \text{g}^{-1}$$

3. 15% KOH/CaO

Volume asam benzoat yang dibutuhkan :

$$V_1 = 40,6 \text{ mL}; V_2 = 48,5 \text{ mL}; V_3 = 49,6 \text{ mL}$$

$V_{\text{rata-rata}} = 46,23 \text{ mL}$ maka,

$$\text{Kebasaan (mmol} \cdot \text{g}^{-1}\text{)} = \frac{46,23 \text{ mL} \times 0,01 \frac{\text{mmol}}{\text{ml}}}{0,1 \text{ g}} \\ = 4,623 \text{ mmol} \cdot \text{g}^{-1}$$

C. Analisis Densitas dan % FFA Minyak Goreng Bekas

1. Densitas

- Diketahui :

Berat piknometer kosong (W_t) = 11,37 g

Piknometer berisi minyak goreng bekas (W) = 20,35 g

Volume piknometer (V) =

- Ditanya : Densitas minyak goreng bekas (ρ)?
- Jawab :

$$\rho = \frac{W_t - W}{V} \\ \rho = \frac{(20,35 - 11,37) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,898 \text{ g/mL}$$

2. % FFA

- Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N

$$\text{BM} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 1$$

$$\text{Volume} = 250 \text{ mL}$$

$$N = \frac{m}{BE \times val}$$

$$\begin{aligned}
 BE &= \frac{BM}{val} \\
 &= \frac{40 \text{ g/mol}}{1} \\
 &= 40 \text{ g/mol} \\
 m &= N \times BE \times V \\
 &= 0,1 \text{ N} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,25 \text{ L} = 1 \text{ g}
 \end{aligned}$$

- Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 N

$$\text{BM} = 126,07 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 2$$

$$\text{Volume} = 50 \text{ mL}$$

$$N = \frac{m}{BE \times val}$$

$$BE = \frac{BM}{val}$$

$$= \frac{126,07 \text{ g/mol}}{2}$$

$$= 63,035 \text{ g/mol}$$

$$m = N \times BE \times V$$

$$= 0,1 \text{ N} \times 63,035 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 \text{ L} = 0,3152 \text{ g}$$

- Standarisasi NaOH 0,1 N dengan Asam Oksalat 0,1 N

$$\text{V asam oksalat} = 10 \text{ ml}$$

$$\text{N asam oksalat} = 0,1 \text{ N}$$

	V NaOH (mL)
1	10,6
2	10,4
\bar{v}	10,5

$$\begin{aligned}
 V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\
 10 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N} &= 10,5 \text{ mL} \times N_2 \\
 N_2 &= 0,095 \quad \square
 \end{aligned}$$

- Diketahui : Massa minyak goreng bekas = 3,53 g

Larutan NaOH 0,095 N yang dibutuhkan

($V_1 = 1,2 \text{ mL}$; $V_2 = 1,0 \text{ mL}$; $V_{\text{rata-rata}} = 1,1 \text{ mL}$)

BM asam lemak bebas = 282,47 gr/mL

- Ditanya :

% FFA dan bilangan asam minyak goreng bekas ?

- Jawab :

$$\diamond \quad \% \text{FFA} = \frac{(VxN) \text{ NaOH} \times \text{BM asam lemak bebas}}{\text{massa minyak goreng bekas} \times 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{FFA} = \frac{1,1 \text{ mL} \times 0,095 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/ml}}{3,53 \times 1000} \times 100\%$$

$$\% \text{FFA} = \frac{29,52}{3530} \times 100\% = 0,84\%$$

\diamond %Bilangan asam

$$= \frac{(VxNxBM) \text{ NaOH}}{\text{massa sampel} \times 1000} \times 100\%$$

$$= \frac{1,1 \text{ ml} \times 0,095 \text{ N} \times 39,997 \text{ gr/mol}}{3,53 \text{ g} \times 1000} \times 100\%$$

$$= 0,1184\%$$

D. Perhitungan Bahan Untuk Sintesis Biodiesel

- Diketahui :

Massa minyak goreng bekas = 20 gram

Katalis 1,5% dari berat minyak. Maka,

$$\text{massa katalis} = \frac{1,5}{100} \times 20 \text{ g} = 0,3 \text{ g}$$

Rasio mol minyak goreng bekas dengan metanol-ethanol = 1:9

BM minyak goreng bekas = 880,4 g/mol (Haryanto et al., 2015)

- Ditanya : Volume metanol-ethanol yang dibutuhkan = ...?

- Jawab :

$$\begin{aligned} \text{Mol minyak goreng bekas} &= \frac{\text{massa minyak goreng bekas}}{\text{BM minyak goreng bekas}} \\ &= \frac{20 \text{ g}}{880,4 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,0227 \text{ mol} \end{aligned}$$

E. Analisis Densitas, Viskositas, % FFA dan Bilangan Asam Biodiesel.

1. Densitas

- Diketahui :

Volume piknometer (V) = 10 mL

 - Ditanya : Densitas biodiesel (ρ)?
 - Jawab :

$$\rho = \frac{W_t - W}{V}$$

- a. Biodiesel-CaO tanpa impregnasi
 Berat piknometer kosong (W_t) = 12,59 g
 piknometer berisi biodiesel (W) = 21,34 g

$$\rho = \frac{(21,34 - 12,59) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,875 \text{ g/mL}$$

$$\rho = \frac{(21,34 - 12,59) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,875 \text{ g/mL}$$

- $$b. \text{ Biodiesel-10\% KOH/CaO}$$

Berat piknometer kosong (W_t) = 12,77 g
 piknometer berisi biodiesel (W) = 21,36 g

$$\rho = \frac{(21,36 - 12,77) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,859 \text{ g/mL}$$

$$\rho = \frac{(21,36 - 12,77) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,859 \text{ g/mL}$$

- c. Biodiesel-15% KOH/CaO
 Berat piknometer kosong (W_t) = 11,65 g
 piknometer berisi biodiesel (W) = 20,19 g

$$\rho = \frac{(20,19 - 11,65) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,854 \text{ g/mL}$$

$$\rho = \frac{(20,19 - 11,65) \text{ g}}{10 \text{ mL}} = 0,854 \text{ g/mL}$$

2. Viskositas

- Diketahui :

$$t_{air} = 6,48 \text{ s}$$

$$\rho_{air} = \frac{(46,08 - 21,66)g}{25 \text{ mL}} = 0,9768 \text{ g/mL}$$

- Biodiesel-CaO ($t_1 = 28,12 \text{ s}$; $t_2 = 28,68 \text{ s}$; $t_3 = 28,19 \text{ s}$ $\bar{t} = 28,33 \text{ s}$)
- Biodiesel 10% KOH/CaO ($t_1 = 30,45 \text{ s}$; $t_2 = 31,53 \text{ s}$; $t_3 = 31,68 \text{ s}$ $\bar{t} = 31,22 \text{ s}$)
- Biodiesel 15% KOH/CaO ($t_1 = 29,98 \text{ s}$; $t_2 = 30,11 \text{ s}$; $t_3 = 30,36 \text{ s}$ $\bar{t} = 30,15 \text{ s}$)

- Ditanya :

- Viskositas biodiesel-CaO?
- Viskositas biodiesel-10% KOH/CaO?
- Viskositas biodiesel-15% KOH/CaO?

- Jawab :

$$\eta_{sample} = \frac{t_{sample} \times \rho_{sample}}{t_{air} \times \rho_{air}} \times \rho_{air}$$

$$vk = \frac{\eta_{sample}}{\rho_{sample}}$$

- Viskositas biodiesel-CaO?

$$\eta_{sample} = \frac{28,33 \text{ s} \times 0,875 \frac{\text{g}}{\text{mL}}}{6,48 \text{ s} \times 0,9768 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} \times 0,9768 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$= 3,83 \text{ g/cm}\cdot\text{s}$$

$$vk = \frac{3,83 \text{ g/cm}\cdot\text{s}}{0,875 \text{ g/ml}} = 4,38 \frac{\text{mm}^2}{\text{s}} = 4,38 \text{ cSt}$$

- Viskositas biodiesel-10% KOH/CaO?

$$\eta_{sample} = \frac{31,22 \text{ s} \times 0,859 \frac{\text{g}}{\text{mL}}}{6,48 \text{ s} \times 0,9768 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} \times 0,9768 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$= 4,14 \text{ g/cm}\cdot\text{s}$$

$$vk = \frac{4,14 \text{ g/cm}\cdot\text{s}}{0,859 \text{ g/ml}} = 4,82 \frac{\text{mm}^2}{\text{s}} = 4,82 \text{ cSt}$$

- Viskositas biodiesel-15% KOH/CaO?

$$\eta_{\text{sampel}} = \frac{30,15 \text{ s} \times 0,854 \frac{\text{g}}{\text{mL}}}{6,48 \text{ s} \times 0,9768 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} \times 0,9768 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$= 3,97 \text{ g/cm}\cdot\text{s}$$

$$\nu k = \frac{3,97 \text{ g/cm}\cdot\text{s}}{0,854 \text{ g/ml}} = 4,64 \frac{\text{mm}^2}{\text{s}} = 4,64 \text{ cSt.}$$

3. %FFA dan Bilangan Asam Biodiesel

- Diketahui : Massa biodiesel = 3,53 g

Larutan NaOH 0,095 N yang dibutuhkan

- Biodiesel-CaO ($V_1 = 1 \text{ mL}$; $V_2 = 1 \text{ mL}$;
 $V_{\text{rata-rata}} = 1 \text{ mL}$)
- Biodiesel 10% KOH/CaO ($V_1 = 0,7 \text{ mL}$;
 $V_2 = 0,8 \text{ mL}$; $V_{\text{rata-rata}} = 0,75 \text{ mL}$)
- Biodiesel 15% KOH/CaO ($V_1 = 0,5 \text{ mL}$;
 $V_2 = 0,5 \text{ mL}$; $V_{\text{rata-rata}} = 0,5 \text{ mL}$)

BM asam lemak bebas = 282,47 gr/mL

- Ditanya :

- % FFA dan %bilangan asam biodiesel-CaO?
- % FFA dan %bilangan asam biodiesel-10% KOH/CaO?
- % FFA dan %bilangan asam biodiesel-15% KOH/CaO?

- Jawab :

- % FFA dan %bilangan asam biodiesel-CaO?

$$\diamondsuit \% \text{FFA} = \frac{(VxN) \text{ NaOH} \times \text{BM asam lemak bebas}}{\text{massa minyak goreng bekas} \times 1000} \times 100\%$$

$$= \frac{1 \text{ mL} \times 0,095 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/ml}}{3,53 \times 1000} \times 100\%$$

$$= 0,76\%$$

- %Bilangan asam

$$= \frac{(VxNxBM) \text{ NaOH}}{\text{massa sampel} \times 1000} \times 100\%$$

$$= \frac{1 \text{ ml} \times 0,095 \text{ N} \times 39,997 \text{ gr/mol}}{3,53 \text{ g} \times 1000} \times 100\%$$

$$= 0,1076 \%$$

- b. % FFA dan %bilangan asam biodiesel-10% KOH/CaO?

$$\diamond \quad \%FFA = \frac{(VxN) NaOH \times BM \text{ asam lemak bebas}}{\text{massa minyak goreng bekas} \times 1000} \times 100\% \\ = \frac{0,75 \text{ mL} \times 0,095 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/ml}}{3,53 \times 1000} \times 100\% \\ = 0,57\%$$

$$\diamond \quad \% \text{Bilangan asam} \\ = \frac{(VxNxBM)NaOH}{\text{massa sampel} \times 1000} \times 100\% \\ = \frac{0,75 \text{ ml} \times 0,095 \text{ N} \times 39,997 \text{ gr/mol}}{3,53 \text{ g} \times 1000} \times 100\% \\ = 0,0807 \%$$

- c. % FFA dan %bilangan asam biodiesel-15% KOH/CaO?

$$\diamond \quad \%FFA = \frac{(VxN) NaOH \times BM \text{ asam lemak bebas}}{\text{massa minyak goreng bekas} \times 1000} \times 100\% \\ = \frac{0,5 \text{ mL} \times 0,095 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/ml}}{3,53 \times 1000} \times 100\% \\ = 0,38\%$$

$$\diamond \quad \% \text{Bilangan asam} \\ = \frac{(VxNxBM)NaOH}{\text{massa sampel} \times 1000} \times 100\% \\ = \frac{0,5 \text{ ml} \times 0,095 \text{ N} \times 39,997 \text{ gr/mol}}{3,53 \text{ g} \times 1000} \times 100\% \\ = 0,0538 \%$$

F. Konversi FFA Biodiesel

1. Biodiesel-CaO

$$\begin{aligned} & \text{Konversi FFA Biodiesel} \\ & \frac{\text{Kadar FFA awal} - \text{Kadar FFA akhir}}{\text{Kadar FFA awal}} \times 100\% \\ & = \frac{(0,84 - 0,76)}{0,84} \times 100\% \\ & = 9,524\% \end{aligned}$$

2. Biodiesel-10% KOH/CaO

$$\begin{aligned} \text{Konversi FFA Biodiesel} \\ &= \frac{\text{Kadar FFA awal} - \text{Kadar FFA akhir}}{\text{Kadar FFA awal}} \times 100\% \\ &= \frac{(0,84 - 0,57)}{0,84} \times 100\% \\ &= 32,143\% \end{aligned}$$

3. Biodiesel-15% KOH/CaO

$$\begin{aligned} \text{Konversi FFA Biodiesel} \\ &= \frac{\text{Kadar FFA awal} - \text{Kadar FFA akhir}}{\text{Kadar FFA awal}} \times 100\% \\ &= \frac{(0,84 - 0,38)}{0,84} \times 100\% \\ &= 54,762\% \end{aligned}$$

G. Konversi Bilangan Asam Biodiesel

1. Biodiesel-CaO

$$\begin{aligned} \text{Konversi bilangan asam} &= \frac{(a_i - a_f)}{a_i} \times 100\% \\ &= \frac{(0,1184 - 0,1076)}{0,1184} \times 100\% = 9,121\% \end{aligned}$$

2. Biodiesel-10% KOH/CaO

$$\begin{aligned} \text{Konversi bilangan asam} &= \frac{(a_i - a_f)}{a_i} \times 100\% \\ &= \frac{(0,1184 - 0,0807)}{0,1184} \times 100\% = 31,841\% \end{aligned}$$

3. Biodiesel-15% KOH/CaO

$$\begin{aligned} \text{Konversi bilangan asam} &= \frac{(a_i - a_f)}{a_i} \times 100\% \\ &= \frac{(0,1184 - 0,0538)}{0,1184} \times 100\% = 54,561\% \end{aligned}$$

H. Analisis % Yield Biodiesel

Perhitungan menggunakan rumus:

$$\begin{aligned} \% \text{ Yield biodiesel} &= \\ &\frac{\% \text{ area FAME} \times \text{massa biodiesel}}{\text{massa minyak jelatah}} \times 100\% \end{aligned}$$

1. Biodiesel-CaO

$$\% \text{ Yield biodiesel} = \frac{93,63 \% \times 16,3 \text{ g}}{20 \text{ g}} \times 100\% = 76,31\%$$

2. Biodiesel-10% KOH/CaO

$$\% \text{ Yield biodiesel} = \frac{96,34 \% \times 16,4 \text{ g}}{20 \text{ g}} \times 100\% = 78,99\%$$

3. Biodiesel-15% KOH/CaO

$$\% \text{ Yield biodiesel} = \frac{97,03 \% \times 17 \text{ g}}{20 \text{ g}} \times 100\% = 82,48\%$$

DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Nama Lengkap : Muhamad Ulin Nuha
Tempat, Tanggal Lahir : Demak, 30 Agustus 2001
NIM : 1908036018
Jenis Kelamin : Laki-Laki
Agama : Islam
Alamat : Wringinjajar RT 6 RW 4
Kecamatan Mranggen
Kabupaten Demak
E-mail : ulin3008@gmail.com
No. Telp/HP : 0895383713130

Riwayat Pendidikan**Formal**

1. SD Negeri Wringinjajar 3
2. MTs Al-Hamidiyyah Wringinjajar
3. MA Negeri 2 Kota Semarang
4. UIN Walisongo Semarang