

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  DARI  
CANGKANG TELUR BEBEK SEBAGAI KATALIS  
HETEROGEN BIFUNGSIONAL UNTUK PRODUKSI  
BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna  
Memenuhi Gelar Sarjana Sarjana (S.Si) Dalam ilmu Kimia



**Dimas Rizqi Fajar**

**NIM. 2108036009**

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO  
SEMARANG  
TAHUN 2024**

# PERYATAAN KEASLIAN

## PERYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dimas Rizqi Fajar

NIM : 21080036009

Jurusan : Kimia

Menyatakan bahwa tugas akhir ini yang berjudul:

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  DARI CANGKANG TELUR  
BEBEK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN BIFUNGSIONAL UNTUK  
PRODUKSI BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH**

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

Semarang, 06 Febuari 2025

Pembuat

Pernyataan,



Dimas Rizqi Fajar

NIM.2108036009

## PENGESAHAN

Naskah tugas akhir berikut ini:

Judul : **Sintesis dan Karakterisasi  $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  dari Cangkang Telur Bebek sebagai Katalis Heterogen Bifungsional untuk Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah**

Penulis : Dimas Rizqi Fajar  
NIM : 2108036009  
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, 16 Desember 2024

Ketua sidang

DEWAN PENGUJI

Sekretaris



**Mulyatun, M.Si**

**Mutista Hafshah, M.Si**

IP.198305042011012008

NIP.199401022019032015

Penguji utama I

Penguji utama II



**Zidni Azizati, M.Si**

**Wirda Udaibah, M.Si**

IP.198809282019032019

NIP.198501042009122003

Pembimbing I



**Mulyatun, M.Si**

NIP.198305042011012008

# NOTA DINAS

## NOTA DINAS

Semarang, 9 Desember 2024

Yth. Ketua Program Studi  
Kimia Fakultas Sains dan  
Teknologi Universitas Islam  
Negeri Walisongo  
Semarang

*Assalamu'alaikum wr.wb.*

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

Judul :**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  DARI CANGKANG TELUR BEBEK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN BIFUNGSIONAL UNTUK PRODUKSI BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH**

Penulis: Dimas Rizqi Fajar

NIM : 2108036009

Jurusan: Kimia

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

*Wassalamu'alaikum wr.wb.*

Pembimbing I,



Mulyatun, M.Si

NIP.198305042011012008

## ABSTRAK

Sintesis katalis heterogen bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO berhasil disintesis menggunakan metode impregnasi dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 4 jam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik dan aktivitas katalitik katalis CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO pada reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi produksi biodiesel dari minyak jelantah. Metode karakterisasi katalis yaitu FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), TPD (*temperature programmed desorption*) CO<sub>2</sub> dan NH<sub>3</sub>. Hasil FTIR dan XRD menunjukkan adanya fasa kubik CaO, heksagonal Ca(OH)<sub>2</sub>, dan sedikit terlihat ortorombik MoO<sub>3</sub>. Karakteristik kekuatan kebasaaan CaO dengan situs basa sedang-kuat (total kebasaaan 3,0 mmol/g CO<sub>2</sub>) dan katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO menjadi asam sedang-kuat dan basa kuat (total keasamaan 5,2 mmol/g NH<sub>3</sub> dan kebasaaan 1,0 mmol/g CO<sub>2</sub>) dari hasil TPD-NH<sub>3</sub> dan CO<sub>2</sub>. Reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi dilaksanakan pada kondisi reaksi rasio mol minyak/metanol 1:6, suhu reaksi 65°C selama 2 jam, dan 1% massa katalis. Analisis GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) dari biodiesel menunjukkan komposisi metil ester seperti metil oleat (C<sub>19</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>), metil palmitat (C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>), metil laurat (C<sub>13</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>), metil miristat (C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>), metil stearat (C<sub>19</sub>H<sub>38</sub>O<sub>2</sub>), dan metil arakat (C<sub>21</sub>H<sub>42</sub>O<sub>2</sub>). Hasil reaksi simultan menunjukkan performa katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dengan konversi FFA (*Free Fatty Acid*) sebesar 32,8% dan FAME (*Free Fatty Acid Methyl Ester*) yield sebesar 90,91% lebih baik dibandingkan katalis CaO.

**Kata kunci:** katalis MoO<sub>3</sub>/CaO, katalis bifungsional, biodiesel, minyak jelantah

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan segala nikmat dan karunian-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Skripsi ini. Shalawat serta salam tak lupa penulis lantunkan kepada Nabi Besar Rasullulah SAW, yang telah membimbing kita dari zaman yang penuh kesesatan menuju zaman yang sekarang ini.

Tugas akhir ini dengan judul **“Sintesis dan karakterisasi  $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  dari Cangkang Telur Bebek sebagai Katalis heterogen bifungsional untuk Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah”**. Tugas Akhir ini telah disusun berdasarkan data dan pengamatan yang telah dilakukan selama penelitian. Adapun tugas akhir disusun untuk memenuhi kelulusan sebagai salah satu syarat kelulusan dalam menempuh studi strata S-1 Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.

Selama pelaksanaan penelitian hingga penyusunan laporan ini dibuat, penulis mendapatkan saran, dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof.Dr.H.Musahadi, M.Ag selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang
2. Mulyatun, M.Si selaku pembimbing dan Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang
3. Dr. Malikhatul Hidayah, S.T, M.Pd, selaku Dosen Wali yang senantiasa memberikan dukungan selama belajar di UIN Walisongo Semarang.
4. Seluruh Dosen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang atas segala Ilmu yang telah mengajarkan ilmu, pengetahuan, keterampilan, dan semangat kepada penulis.
5. Anita Karunia Z, S.Si, Ahmad Mughis, S.Pd dan segenap Asisten Laboratorium Kimia yang telah berbagi pengalaman berharga kepada penulis.
6. Bapak Takdim Bin Daan dan Ibu Nurhamidah, selaku orang tua kandung penulis yang memberikan dukungan, doa, dan motivasi selama penulisan.
7. Seluruh teman-teman Mahasiswa Kimia Kelas A angkatan 2021 Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Walisongo Semarang
8. Semua pihak lainnya yang tidak dapat disebutkan satu persatu oleh penulis.

Penulis menyadari dalam penulisan tugas akhir ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran sangat diharapkan kepada penulis. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat dan wawasan bagi kita semua. *Aminn ya Rabbal'Alamin. Wassalamu'alaikum Wr.Wb.*

Semarang, 05 Desember 2024

Penulis  
Dimas Rizqi Fajar

## DAFTAR GAMBAR

|                    |                                                                                                                |    |
|--------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Gambar 2.1</b>  | Struktur asam lemak dari minyak jelantah.....                                                                  | 17 |
| <b>Gambar 2.2</b>  | Struktur $\text{MoO}_3$ .....                                                                                  | 18 |
| <b>Gambar 2.3</b>  | Mekanisme reaksi esterifikasi dan transesterifikasi<br>(Kulkarni et al., 2006).....                            | 26 |
| <b>Gambar 2.4</b>  | Kondisi geometri sinar difraksi foton dari bidang kisi<br>(Ermrich, 2011) .....                                | 29 |
| <b>Gambar 2.5</b>  | Pola XRD kalsinasi cangkang telur bebek pada suhu<br>600-900°C (Yin et al., 2016) .....                        | 30 |
| <b>Gambar 2.6</b>  | Pola XRD dari $\text{MoO}_3$ (Sen et al., 2019).....                                                           | 31 |
| <b>Gambar 2.7</b>  | Instrument FTIR (Thomas et al., 2017) .....                                                                    | 32 |
| <b>Gambar 2.8</b>  | FTIR serbuk cangkang dan kalsinasi serbuk cangkang<br>(Yilmaz et al., 2019).....                               | 35 |
| <b>Gambar 2.9</b>  | Skema peralatan TPD (Ishii et al., 2014) .....                                                                 | 37 |
| <b>Gambar 2.10</b> | TPD- $\text{CO}_2$ katalis CaO dari cangkang telur (L. Sun<br>et al., 2019).....                               | 38 |
| <b>Gambar 2.11</b> | TPD- $\text{NH}_3$ dari $\text{MoO}_3$ (J. Zhang et al., 2021).....                                            | 39 |
| <b>Gambar 2.12</b> | Peralatan GC-MS (Hussain & Maqbool, 2014) ...                                                                  | 41 |
| <b>Gambar 2.13</b> | Kromatogram dari biodiesel dari minyak jelantah<br>(Velmurugan & Warriar, 2022) .....                          | 44 |
| <b>Gambar 3.1</b>  | Skema sintesis katalis heterogen bifungsional<br>$\text{MoO}_3/\text{CaO}$ .....                               | 50 |
| <b>Gambar 4.1</b>  | Skema katalis heterogen CaO menjadi bifungsional<br>$3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$ .....                         | 58 |
| <b>Gambar 4.2</b>  | Spektrum FTIR CaO dan $3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$ .....                                                       | 61 |
| <b>Gambar 4.3</b>  | XRD dari CaO dan $3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$ .....                                                            | 63 |
| <b>Gambar 4.4</b>  | TPD- $\text{CO}_2$ dari CaO dan $3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$ .....                                             | 65 |
| <b>Gambar 4.5</b>  | TPD- $\text{NH}_3$ katalis $3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$ .....                                                  | 66 |
| <b>Gambar 4.6</b>  | Situs asam bronsted dan lewis pada $\text{MoO}_3$ .....                                                        | 67 |
| <b>Gambar 4.7</b>  | FAME yield dan konversi FFA sintesis biodiesel..                                                               | 70 |
| <b>Gambar 4.8</b>  | Spektrum GC-MS biodiesel dari minyak jelantah<br>dikatalisis (a) $3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$ dan (b) CaO..... | 71 |

|                                                                                                          |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Gambar 4.9</b> mekanisme reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi (Kulkarni et al., 2006) ..... | 74 |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|

## DAFTAR TABEL

|                                                                                                                         |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Tabel 2.1</b> Karakteristik Biodiesel .....                                                                          | 12 |
| <b>Tabel 2.2</b> Syarat mutu Biodiesel (Badan Standar Nasional, 2015)<br>.....                                          | 15 |
| <b>Tabel 2.3</b> sifat fisika dan kimia dari minyak jelantah .....                                                      | 16 |
| <b>Tabel 3.1</b> Karakteristik densitas (40°C), FFA, dan bilangan asam<br>dari minyak jelantah .....                    | 49 |
| <b>Tabel 4.1</b> Karakterisitik total kebasaan dan keasamaan katalis<br>heterogen CaO dan 3%MoO <sub>3</sub> /CaO ..... | 68 |
| <b>Tabel 4.2</b> Perbandingan performa biodiesel menggunakan katalis<br>heterogen .....                                 | 72 |
| <b>Tabel 4.3</b> Karakteristik biodiesel dari minyak jelantah .....                                                     | 73 |

## DAFTAR ISI

|                                         |             |
|-----------------------------------------|-------------|
| <b>PERYATAAN KEASLIAN .....</b>         | <b>i</b>    |
| <b>PENGESAHAN.....</b>                  | <b>ii</b>   |
| <b>NOTA DINAS .....</b>                 | <b>iii</b>  |
| <b>ABSTRAK .....</b>                    | <b>iv</b>   |
| <b>KATA PENGANTAR .....</b>             | <b>v</b>    |
| <b>DAFTAR GAMBAR .....</b>              | <b>viii</b> |
| <b>DAFTAR TABEL .....</b>               | <b>viii</b> |
| <b>DAFTAR ISI .....</b>                 | <b>xi</b>   |
| <b>BAB 1 .....</b>                      | <b>1</b>    |
| <b>PENDAHULUAN .....</b>                | <b>1</b>    |
| A. Latar Belakang .....                 | 1           |
| B. Rumusan Masalah .....                | 11          |
| C. Tujuan Penelitian.....               | 11          |
| D. Manfaat Penelitian.....              | 11          |
| <b>BAB II.....</b>                      | <b>12</b>   |
| <b>TINJAUAN PUSTAKA .....</b>           | <b>12</b>   |
| <b>A. Kajian teori .....</b>            | <b>12</b>   |
| 1. Biodiesel.....                       | 12          |
| 2. Minyak Jelantah .....                | 16          |
| 3. Molibdenum(IV) oksida .....          | 18          |
| 4. Katalis CaO .....                    | 21          |
| 5. Katalis Bifungsional asam-basa ..... | 24          |

|                                                                |           |
|----------------------------------------------------------------|-----------|
| 6. Instrumentasi .....                                         | 27        |
| a. XRD .....                                                   | 27        |
| b. FTIR.....                                                   | 32        |
| c. TPD-CO <sub>2</sub> .....                                   | 35        |
| d. TPD-NH <sub>3</sub> .....                                   | 38        |
| e. GC-MS .....                                                 | 39        |
| B. Kajian hasil penelitian yang relevan .....                  | 44        |
| C. Hipotesis.....                                              | 46        |
| <b>BAB III .....</b>                                           | <b>47</b> |
| <b>METODE PENELITIAN .....</b>                                 | <b>47</b> |
| <b>A. Alat dan bahan .....</b>                                 | <b>47</b> |
| 1. Alat.....                                                   | 47        |
| 2. Bahan .....                                                 | 47        |
| <b>B. Prosedur Kerja .....</b>                                 | <b>48</b> |
| 1. Treatment minyak jelantah.....                              | 48        |
| 2. Preparasi Katalis CaO .....                                 | 49        |
| 3. Preparasi Katalis MoO <sub>3</sub> /CaO .....               | 49        |
| 4. Karakterisasi Katalis .....                                 | 51        |
| 5. Uji Aktivitas katalis CaO dan 3%MoO <sub>3</sub> /CaO ..... | 52        |
| 4. Analisis FAME biodiesel menggunakan GC-MS .....             | 53        |
| 5. Analisis Densitas (40°C) biodiesel.....                     | 54        |
| 6. Analisis Bilangan asam biodiesel .....                      | 54        |
| <b>BAB IV .....</b>                                            | <b>56</b> |
| <b>HASIL PEMBAHASAN .....</b>                                  | <b>56</b> |

|                                                                        |            |
|------------------------------------------------------------------------|------------|
| A. Sintesis katalis CaO dan Bifungsional 3%MoO <sub>3</sub> /CaO ..... | 56         |
| B. Karakterisasi katalis .....                                         | 59         |
| 1. Analisa FTIR.....                                                   | 59         |
| 2. Analisa XRD .....                                                   | 61         |
| 3. Analisa TPD-CO <sub>2</sub> dan TPD-NH <sub>3</sub> .....           | 63         |
| C. Aktivitas Katalitik CaO dan 3%MoO <sub>3</sub> /CaO .....           | 68         |
| <b>BAB V .....</b>                                                     | <b>76</b>  |
| <b>SIMPULAN DAN SARAN .....</b>                                        | <b>76</b>  |
| A. Simpulan.....                                                       | 76         |
| B. Saran.....                                                          | 77         |
| <b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>                                            | <b>79</b>  |
| <b>LAMPIRAN .....</b>                                                  | <b>101</b> |
| <b>PERHITUNGAN .....</b>                                               | <b>101</b> |

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Energi merupakan salah satu sumber faktor terpenting untuk tercapainya pembangunan berkelanjutan (Khan et al., 2020). Kebutuhan energi dunia terus mengalami peningkatan dengan terus bertambahnya jumlah populasi penduduk menyebabkan penggunaan sumber energi bahan bakar fosil (batubara, minyak, dan gas) selama beberapa dekade terakhir menjadi masalah utama di bidang energi, dengan menipisnya cadangan minyak dan meningkatnya emisi gas rumah kaca (UNFCC, 2015). Penggunaan sumber energi konvensional memberikan dampak merusak lingkungan dan kesehatan (Timothy, 2018). Menurut Sekretaris Jenderal Dewan Energi Nasional (2018) total konsumsi energi dari minyak bumi, gas, dan batubara digunakan pada sektor transportasi 40%, industri 36%, rumah tangga 16%, dan kebutuhan sektor lainnya masing-masing 6%. Produksi minyak bumi dalam 10 tahun terakhir mengalami penurunan dari 346 juta barel pada tahun 2009 menjadi 283 juta barel di tahun 2018, penurunan produksi minyak bumi disebabkan

sumur kilang utama sudah tua serta teknologi pengolahan masih terbatas dan memenuhi kebutuhan minyak indonesia masih mengandalkan mengimpor minyak bumi dari wilayah timur Tengah (ESDM, 2020). Solusi potensi untuk mengurangi emisi karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) dan menstabilkan iklim global dengan meningkatkan penggunaan energi berkelanjutan (*sustainable*) seperti panel surya, tenaga angin, dan biofuel (bioetanol, biodiesel, dan green diesel) (Owusu & Asumadu-sarkodie, 2016). Salah satu bentuk biofuel yaitu biodiesel dapat dimanfaatkan menjadi solusi alternatif sumber bahan bakar ramah lingkungan dimasa yang akan datang. Eksploitasi yang diakibatkan oleh manusia dijelaskan dalam Al-Qur'an QS. Ar-Rum: 41

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي  
عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan dilaut disebabkan perbuatan tangan manusia. (Melalui hal itu) Allah SWT membuat mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Biodiesel adalah sumber daya energi alternatif yang sedang dikembangkan karena harganya murah dengan

karakteristik kimia yaitu: tidak beracun, mudah terurai, dan rendah karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ), dan emisi sulfur dioksida ( $\text{SO}_2$ ) (Marchetti et al., 2007; Nor et al., 2011). Salah satu keunggulan dari biodiesel bahan bakunya berasal dari minyak nabati atau lemak hewani (Marchetti et al., 2007). Penggunaan minyak nabati sebagai bahan baku utama karena karakteristiknya mirip dengan solar berbahan dasar minyak bumi, proses produksi biodiesel dapat melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi antara minyak nabati dan alkohol sehingga menghasilkan mono alkil ester yang disebut biodiesel (Felipe et al., 2010). Salah satu bahan minyak nabati non pangan yang dapat dijadikan sebagai bahan baku biodiesel adalah minyak jelantah. Menurut Gonzaga et al., (2021) minyak jelantah mengandung asam laurat ( $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$ ) sebesar 0,03%, asam miristat ( $\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_2$ ) 0,16%, asam palmitat ( $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$ ) 12,03%, asam stearat ( $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ ) 4.40%, asam oleat ( $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ) 23,58%, asam linoleat ( $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_2$ ) 52,48%, dan asam linolenat ( $\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{O}_2$ ) 6.65%. Kadar FFA (*Free Fatty Acid*) sebesar 12,953% dan bilangan asam 25,907  $\text{mg.KOH.g}^{-1}$  dari minyak jelantah (Mulyatun et al., 2023). Oleh karena itu pada penelitian ini dipilih minyak jelantah, karena kadar FFA tinggi itu

merupakan kelemahan yang harus diatasi melalui reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam dan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa. Proses transesterifikasi dapat dilakukan jika kadar FFA  $\leq 2\%$  (Chavan et al., 2014). Kadar FFA yang tinggi diperlukan dua tahap reaksi, yaitu reaksi esterifikasi melibatkan asam lemak bebas menggunakan katalis asam homogen pada kadar FFA yang tinggi sebagai bahan baku produksi biodiesel (Ahmed & Huddersman, 2022) dan reaksi transesterifikasi dapat dilakukan jika kadar FFA  $< 2\%$  melibatkan trigliserida dengan alkohol (metanol, etanol, dan sejenisnya) menghasilkan FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) dan gliserol (Norjannah et al., 2016). Beberapa penelitian menyebut jika kandungan FFA  $\geq 2\%$  dilakukan proses esterifikasi misalnya minyak jelantah, minyak malapari, minyak jarak pagar, minyak nyamplung, dan minyak atsiri (Chavan et al., 2014). Hal ini menjadikan produksi biodiesel menjadi tidak efektif dan biaya mahal. Oleh karena itu, untuk mengoptimalkan produksi biodiesel dari minyak jelantah dikembangkan katalis heterogen bifungsional yang dapat mengkatalisis dua tahap reaksi sekaligus yaitu reaksi simultan esterifikasi-

transesterifikasi menggunakan kombinasi katalis logam oksida asam dan logam oksida basa.

Sintesis biodiesel dapat diproduksi melalui proses transesterifikasi atau alkoholisis dengan bantuan katalis basa, enzim, dan bentuk katalis lainnya (Ong et al., 2019). Sintesis biodiesel dapat menggunakan katalis logam lebih ekonomis dibandingkan katalis cair homogen (Semwal et al., 2011). Salah satu contoh katalis oksida berbasis logam yang sering dimanfaatkan sebagai katalis heterogen pada proses transesterifikasi berdasarkan luas area permukaan dan satuan luas permukaan secara urut yaitu:  $\text{BaO} > \text{SrO} > \text{CaO} > \text{MgO}$  (G. Zhang et al., 1988). Kalsium Oksida ( $\text{CaO}$ ) merupakan katalis heterogen yang sering digunakan untuk produksi biodiesel, karena nilai aktivitas katalis tinggi, kelarutan dalam metanol rendah, dan ramah lingkungan (Roschat et al., 2016). Penggunaan katalis basa homogen seperti  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ , dan  $\text{NaOCH}_3$  membutuhkan biaya yang besar dibandingkan menggunakan katalis basa heterogen (Kawashima et al., 2008). Katalis basa heterogen  $\text{CaO}$  bisa didapatkan dari cangkang telur bebek yang merupakan sumber  $\text{Ca}$  yang lebih baik untuk sintesis  $\text{CaO}$ , kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ), kalsium hidroksida ( $\text{Ca(OH)}_2$ ), kalium fosfat ( $\text{K}_3\text{PO}_4$ ),

atau hidroksilapatit (Tangboriboon et al., 2012). Komposisi cangkang telur bebek teridentifikasi menggunakan XRF (*X-ray Fluorescence Spectroscopy*) sebesar 96-98%  $\text{CaCO}_3$  (Tangboriboon et al., 2012; Tangboriboon & Suttiaprapar, 2016). Konversi  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  mulai terbentuk pada suhu kalsinasi  $700^\circ\text{C}$  selama 5 jam, sedangkan pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 1 jam berhasil mengkonversi  $\text{CaO}$  sebesar 99.06% (Tangboriboon et al., 2012). Penelitian Nurlaela et al (2014) melaporkan proses kalsinasi dilakukan pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 5 jam di uji menggunakan XRD (*X-ray Diffraction Spectroscopy*) mempunyai pola difraksi  $\text{CaO}$  lebih banyak sedangkan puncak difraksi  $\text{CaCO}_3$  hampir tidak terlihat. Jika dibandingkan dengan cangkang telur ayam, tingkat kemurnian cangkang telur bebek lebih tinggi (Nurlaela et al., 2014). Morfologi dan topografi cangkang telur bebek pada suhu  $800\text{-}900^\circ\text{C}$  hasil SEM (*Scanning Electron Microscopy*) pembesaran 4.000x memberikan bentuk partikel menjadi lebih teratur dan kristal kubik dapat terlihat dengan jelas (Yin et al., 2016). Ukuran Kristal hasil kalsinasi pada suhu  $700^\circ\text{C}$  sebesar 16,710 nm,  $800^\circ\text{C}$  sebesar 12,046 nm, dan  $900^\circ\text{C}$  sebesar 9,793 nm (Win & Khine, 2016). Hasil penelitian Singh &

Verma (2019) menggunakan bahan baku minyak pare dengan menambahkan berat katalis CaO 10% dari berat minyak, direfluks pada suhu 65°C selama 80 menit menghasilkan yield biodiesel 96,85% dan viskositas kinematik (40°C) 4,42 mm<sup>2</sup>/s. Hasil serupa ditunjukkan pada penelitian Ying et al (2016) minyak kacang kedelai jagung berat menggunakan katalis CaO 10% dengan rasio metanol:minyak (10:1) proses transesterifikasi pada suhu 60°C dengan waktu 90 menit menghasilkan yield 94,6%. Pelarut metanol dipilih karena kelarutan minyak dalam metanol lebih sedikit dan konversi reaksi kesetimbangan lebih tinggi dibandingkan pelarut etanol (Issariyakul et al., 2007). Pelarut etanol dalam reaksi Transesterifikasi seiring bertambahnya rasio molar minyak:etanol mengalami penurunan yield biodiesel, maka optimum untuk reaksi transesterifikasi etanol lebih kecil dibandingkan dengan metanol (Verma & Sharma, 2016). Katalis CaO tidak efektif untuk mengkonversi minyak jelantah dan minyak jarak menjadi biodiesel karena kadar FFA tinggi, kadar air, dan pengotor lainnya tinggi. Kekurangan dari katalis CaO bisa diatasi dengan modifikasi katalis CaO.

Modifikasi katalis CaO menjadi katalis heterogen bifungsional asam-basa dengan mencampurkan katalis oksida yang berasal dari oksida logam asam, memungkinkan katalis mampu melakukan reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi secara satu tahap yang disebabkan katalis bifungsional memiliki dua sisi aktif yaitu sisi asam dan basa secara bersamaan (Elias et al., 2020). Modifikasi katalis basa heterogen CaO agar mempunyai sifat aktivitas katalitik yang tinggi pada produksi biodiesel dari minyak jelantah dengan menambahkan promotor logam oksida transisi. Beberapa oksida logam transisi diantaranya antara lain: molibdenum trioksida ( $\text{MoO}_3$ ), tungsten trioksida ( $\text{WO}_3$ ), titanium oksida ( $\text{TiO}_2$ ), dan zirkonat oksida ( $\text{ZrO}_2$ ) mempunyai sifat asam yang dapat meningkatkan aktivitas katalitik selama reaksi dengan kadar FFA yang tinggi (Mansir et al., 2020).

Molibdenum trioksida ( $\text{MoO}_3$ ) merupakan salah satu katalis logam transisi oksida logam sebagai pendukung karena sifat khasnya yang berfungsi sebagai pendukung katalis asam (Deki et al., 2009). Katalis  $\text{MoO}_3$  dapat dibuat menggunakan prekursor dari garam ammonium heptamolibdat tetrahidrat atau  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{27} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

(Figueiredo et al., 2022; Hanafi et al., 1981; Matus et al., 2019; Shaheen & Selim, 2000). Pola difragrogram XRD  $\text{MoO}_3$  dapat terlihat pada  $2\theta = 12,8^\circ, 23,4^\circ, 25,8^\circ, 33,8^\circ$  (Feste et al., 2021) dan sekitar  $34^\circ\text{--}49^\circ$  dengan intensitas rendah (Xie & Zhao, 2014). Oksidasi logam transformasi  $\text{MoO}_2$  ke  $\text{MoO}_3$  melalui kalsinasi mulai terbentuk pada suhu  $>573\text{K}$  atau  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam (Ressler et al., 2000). Farooq et al (2013) melaporkan menggunakan metode impregnasi katalis  $\text{Mo-Mn/y-Al}_2\text{O}_3$  suhu reaksi selama 4 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$  dengan rasio metanol:minyak (27:1) menghasilkan kadar maksimum yield biodiesel 91,4%. Metode impregnasi katalis  $\text{MoO}_3/\text{Mordenite}$  bahan baku minyak kacang kedelai menggunakan rasio methanol:minyak (12:1) katalis menghasilkan yield biodiesel 75,40% dengan katalis 5% berhasil menurunkan nilai viskositas kinematik dari  $34,3 \text{ mm}^2/\text{s}$  menjadi  $6,10 \text{ mm}^2/\text{s}$  (Silva et al., 2019). Katalis  $\text{CaO-MoO}_3\text{-SBA-15}$  dengan metode impregnasi dipilih karena mampu meningkatkan stabilitas katalis antara  $\text{CaO}$  dengan logam asam  $\text{MoO}_3$  mendorong dispersi katalitik yang tinggi dan stabil (Xie & Zhao, 2014). Menurut Ferreira *et al.*, (2019) mengetahui efek katalis asam  $\text{MoO}_3$  dengan mengkaji

pengaruh suhu kalsinasi 200°C, 300 °C, 400 °C, 500 °C, 600°C, dan 700°C. Keasamaan Molibdenum hasil sintesis paling tinggi pada suhu 600°C sebesar 16,2 mmol/g, semakin banyak keasamaan katalis maka semakin tinggi aktivitas katalitiknya. Meng *et al.*, (2013) melaporkan penggunaan katalis Ca untuk meningkatkan keasamaan Al memperoleh hasil aktivitas katalitik yang lebih baik. Katalis Ca/Al dibuat dengan Ca:Al (rasio 3:2) pada suhu 600°C menghasilkan yield biodiesel maksimum sebesar >94%. Ngamcharussrivichai *et al.*, (2010) Efek kalsinasi pada suhu 800°C menggunakan katalis CaO alam menghasilkan yield biodiesel >98,6%. Oleh karena itu, katalis bifungsional MoO<sub>3</sub>/CaO diharapkan dapat meningkatkan aktivitas katalitik dengan meningkatkan keasaman dan kebasaan dengan melihat pengaruh aktivitas katalis pada permukaan dan stabilitas katalis MoO<sub>3</sub>/CaO pada produksi biodiesel dari minyak jelantah.

Pada penelitian ini akan diteliti karakteristik katalis heterogen bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dari cangkang telur bebek dengan metode impregnasi basah dan mengetahui aktivitas katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO untuk produksi biodiesel

menggunakan minyak jelantah dalam reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi.

## **B. Rumusan Masalah**

1. Bagaimana karakteristik katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO ?
2. Bagaimana aktivitas katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO pada produksi biodiesel dari minyak jelantah ?

## **C. Tujuan Penelitian**

1. Untuk mengetahui karakteristik katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO ?
2. Untuk mengetahui aktivitas Katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO pada produksi biodiesel dari minyak jelantah ?

## **D. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini bermanfaat untuk memberikan informasi hasil karakteristik katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dalam mensintesis biodiesel dari minyak jelantah sebagai bahan bakar alternatif dimasa yang akan datang, sehingga mampu dijadikan solusi permasalahan energi dengan menggunakan bahan *non-edible* yang memiliki kadar FFA yang tinggi.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Kajian teori

##### 1. Biodiesel

Biodiesel adalah mono alkil ester dengan struktur rantai panjang asam yang berasal dari bahan baku terbarukan seperti minyak nabati atau minyak hewani dapat dijadikan sebagai pengganti atau bahan tambahan solar di negara maju maupun negara berkembang (Fangrui Ma & Hanna, 1999). Biodiesel bersifat renewable, bebas sulfur, dapat terurai, rendah karbon dan tidak beracun. Biodiesel memiliki efisiensi yang lebih baik dibandingkan bensin (Demirbas, 2009). Sifat teknis dari biodiesel dapat dilihat pada (Tabel 2.1).

**Tabel 2.1** Karakteristik Biodiesel

| Jenis                                 | Karakteristik                                            |
|---------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| Nama kimia umum                       | Asam lemak metil ester                                   |
| Formula kimia                         | $C_{14}-C_{24}$ metil ester atau $C_{15-25}H_{28-48}O_2$ |
| Viskositas ( $mm^2/s$ pada suhu 313K) | 3,3-5,2                                                  |
| Densitas ( $kg/m^3$ pada suhu 288K)   | 860-894                                                  |

|                            |                                                        |
|----------------------------|--------------------------------------------------------|
| Titik nyala (K)            | >475                                                   |
| Kelarutan dalam air        | Tidak larut dalam air                                  |
| Penampilan                 | Cairan bening berwarna kuning muda hingga kuning tua   |
| Aroma                      | Seperti aroma sabun                                    |
| Daya hancur secara biologi | Lebih tinggi dibandingkan petroleum diesel             |
| Reaktivitas                | Stabil, akan tetapi hindari zat pengoksidasi yang kuat |

Secara umum, sintesis biodiesel dapat dibuat menggunakan reaksi transesterifikasi atau alkoholisis dengan katalis basa kuat, enzim dan sejenisnya dalam bentuk katalis (Ong et al., 2019). Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa dapat menggunakan pelarut alkohol, biasanya digunakan pelarut metanol dibandingkan etanol karena harganya lebih murah, transesterifikasi menggunakan metanol dapat dilakukan pada suhu kisaran 50-60°C laju reaksinya lebih baik minimal rasio molar alkohol(5):minyak(1). Reaksi transesterifikasi berlangsung secara tiga tahap, dimana Trigliserida (TG) bereaksi dengan methanol untuk menghasilkan Digliserida (DG) selanjutnya menghasilkan

Monogliserida (MG), sehingga MG bereaksi dengan metanol menghasilkan Gliserol (GL) dan biodiesel (ME) (Diasakou et al., 1998). Setiap proses dipakai 1 mol metil metil ester pada setiap langkah. Reaksi Trigliserida (TG) menjadi Monogliserida (MO) dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.1-2.3:



Reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam lewis terjadi antara asam lemak bebas (R-COOH) dan alkohol (R-OH). Interaksi gugus karbonil dari asam lemak bebas membentuk karbokation nukelofilik sehingga serangan alkohol ke karbokation menghasilkan tetrahedral. Setiap langkah pada esterifikasi dan transesterifikasi menghasilkan produk metil ester (R-COOCH<sub>3</sub>) dan gliserol (Kulkarni et al., 2006). Spesifikasi biodiesel menurut SNI-04-7185:2015 meliputi massa jenis pada suhu 40°C, viskositas kinematik pada suhu 40°C, angka setana, titik nyala, titik kabut, residu karbon, air, belerang, fosfor, angka asam, gliserol bebas, gliserol total,

kadar metil ester, angka iodium dan kadar monogliserida (Tabel 2.2).

**Tabel 2.2** Syarat mutu Biodiesel (Badan Standar Nasional, 2015)

| No | Parameter Uji        | Satuan,<br>min/maks                          | Persyaratan |
|----|----------------------|----------------------------------------------|-------------|
| 1  | Densitas 40°C        | kg/m <sup>3</sup>                            | 850-890     |
| 2  | Viskositas<br>40°C   | mm <sup>2</sup> /s                           | 2,3-6,0     |
| 3  | Angka setana         | Min                                          | 51          |
| 4  | Titik nyala          | °C, min                                      | 100         |
| 5  | Titik kabut          | °C, maks                                     | 18          |
| 6  | Residu karbon        | %-massa,<br>maks                             | 0,05        |
| 7  | Kadar Air            | %-volume,<br>maks                            | 0,05        |
| 8  | Belarang             | mg/kg, maks                                  | 50          |
| 9  | Fosfor               | mg/kg, maks                                  | 4           |
| 10 | Angka asam           | mgKOH/g,<br>maks                             | 0,5         |
| 11 | Gliserol bebas       | %-massa,<br>maks                             | 0,02        |
| 12 | Gliserol total       | %-massa,<br>maks                             | 0,24        |
| 13 | Kadar metil<br>ester | %-massa,<br>min                              | 96,5        |
| 14 | Monogliserida        | %-massa,<br>maks                             | 0,8         |
| 15 | Angka iodium         | %-massa<br>(g-I <sub>2</sub> /100g),<br>maks | 115         |

## 2. Minyak Jelantah

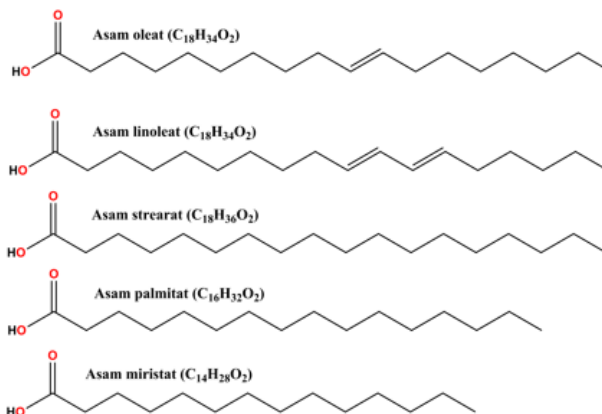
Minyak jelantah atau minyak goreng bekas berasal dari limbah rumah tangga, hotel, restoran, dan tempat katering lainnya (Awogbemi et al., 2021). Umumnya minyak jelantah sebagian besar terdiri dari trigliserida (88-98%) (Orsavova et al., 2015). Limbah minyak jelantah dalam jumlah besar mengakibatkan dampak buruk bagi kesehatan manusia dan hewan. Limbah minyak jelantah dapat menghambat aliran air, mengurangi konsentrasi oksigen, dan mengubah keseimbangan pada ekosistem (Awogbemi et al., 2021). Sifat kimia dan fisika dari minyak jelantah sedikit berbeda dengan minyak pada umumnya karena perubahan yang terjadi selama penggorengan. Pada Tabel 2.3 sifat kimia dan fisika dari minyak jelantah (Gonzaga et al., 2021).

**Tabel 2.3** sifat fisika dan kimia dari minyak jelantah

| <b>Komponen</b>   | <b>nilai</b> | <b>satuan</b>      |
|-------------------|--------------|--------------------|
| Asam palmitat     | 12,03        | %                  |
| Asam stearat      | 4,40         | %                  |
| Asam oleat        | 23,58        | %                  |
| Asam linoleat     | 52,48        | %                  |
| Densitas (40°C)   | 926,02       | kg/m <sup>3</sup>  |
| Viskositas (40°C) | 36,08        | Mm <sup>2</sup> /s |
| Bilangan asam     | 2,53         | mg KOH/g           |

|               |        |       |
|---------------|--------|-------|
| Kandungan air | 0,042  | %     |
| Berat molekul | 277,84 | g/mol |

Struktur asam lemak dari minyak jelantah dapat dilihat pada Gambar 2.1 asam oleat, linoleat, stearat, palmitat, dan mirisitat.



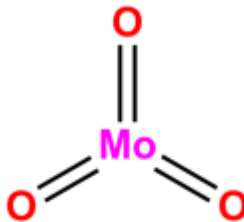
**Gambar 2.1** Struktur asam lemak dari minyak jelantah

Beberapa penelitian yang menggunakan jelantah dalam reaksi Esterifikasi dan Transesterifikasi. Mulyatun et al., (2023) biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis bifungsional  $2\%V_2O_5.CaO$  menghasilkan FAME maksimum sebesar 51.30%. Elias et al., (2020) mensintesis katalis heterogen  $CaO/Al_2O_3$  metode co-presipitasi dengan kondisi reaksi simultan esterifikasi/transesterifikasi pada

suhu 65°C, kecepatan 700 rpm, loading katalis 4 wt%, dan rasio metanol/minyak jelantah (9:1) menghasilkan FAME tertinggi sebesar 89,61%. Ibrahim & Mustafa, (2022) mensintesis katalis bifungsional SnZrO<sub>4</sub> dengan metode co-presipitasi dengan kondisi reaksi transesterifikasi (suhu 70°C selama 4 jam, loading katalis 6 wt%, dan rasio metanol/minyak 10:1).

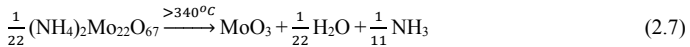
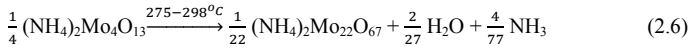
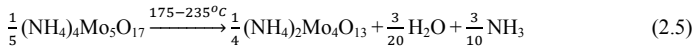
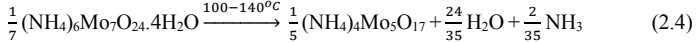
### 3. Molibdenum(IV) oksida

Molibdenum trioksida atau MoO<sub>3</sub> adalah katalis atau precursor yang sering digunakan dalam sejumlah industri (Zdražil, 2001). Struktur  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> secara termodinamika lebih stabil dan mempunyai struktur yaitu ortorombik,  $\beta$ -MoO<sub>3</sub> semistabil dengan struktur monoklinik, dan  $h$ -MoO<sub>3</sub> fase metastabil dengan bentuk monoklinik dan kristal heksagonal (Deki et al., 2009), struktur MoO<sub>3</sub> dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur MoO<sub>3</sub>

Katalis  $\text{MoO}_3$  dapat dibuat dari dekomposisi termal dari senyawa garam ammonium heptamolibdat tetrahidrat atau  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  pada rentang suhu  $310\text{--}350^\circ\text{C}$  mulai terbentuk  $\text{MoO}_3$  (Hanafi et al., 1981). Hasil penelitian Shaheen & Selim (2000) melaporkan dekomposisi ammonium heptamolibdat tetrahidrat menjadi Molibdenum trioksida terjadi pada suhu  $>340^\circ\text{C}$ . Skema reaksi dekomposisi dari ammonium heptamolibdat tetrahidrat dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.4-2.7, sebagai berikut (Hanafi et al., 1981; Shaheen & Selim, 2000):



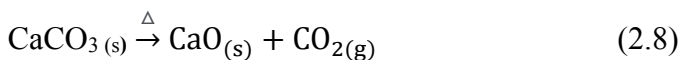
Pada persamaan diatas ammonium molibdat tetrahidrat disemua tahap terjadi pelepasan  $\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{NH}_3$  dimulai pada suhu  $100^\circ\text{C}$ – $140^\circ\text{C}$  dan titik leleh  $\text{MoO}_3$  pada suhu  $790^\circ\text{C}$  (Shaheen & Selim, 2000). Beberapa penelitian katalis  $\text{MoO}_3$  sebagai produksi biodiesel. Efek promotor molibdenum terhadap

kinerja katalis  $\text{MoO}_3/\text{B-ZSM5}$  menggunakan metode impregnasi basah dalam produksi biodiesel, promotor molibdenum yang digunakan  $x\%\text{MoO}_3/\text{B-ZSM5}$  ( $x=5, 15, 25$ , dan  $35\%$ ), dikalsinasi pada suhu  $540^\circ\text{C}$  selama 12 jam, hasil promotor  $25\%$  molibdenum terbentuk kristalinitas yang lebih tinggi dan meningkatkan struktur kristalinitas (Mohebbi et al., 2020). Penelitian Navajas et al., (2020) mensintesis katalis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  disupport  $\text{MoO}_3$  dengan memvariasikan loading  $x\text{-MoO}_3$  ( $x=8, 10$ , dan  $16\%$ ) melaporkan penambahan loading  $\text{MoO}_3$  mengakibatkan luas permukaan pada katalis semakin kecil. Penelitian Figueiredo et al., (2022) menyelidiki performa katalis  $5\%\text{MoO}_3/\text{Al-SBA-15}$  menggunakan minyak kedelai dan alkohol (rasio 1:20) pada suhu  $59^\circ\text{C}$  selama 4 jam menghasilkan konversi FAME  $89,2\%$ . Penelitian Almeida et al., (2014) melaporkan sintesis biodiesel dari minyak kedelai dengan katalis  $\text{MoO}_3/\text{TiO}$  dan  $\text{MoO}_3/\text{SnO}_2$  mampu menghasilkan konversi FAME  $>70\%$ .

#### 4. Katalis CaO

Katalis CaO sering sekali digunakan sebagai katalis karena harganya murah, mudah didapat, tidak korosif, bahan ramah lingkungan dan tingkat kelarutan kebasaaan yang tinggi (Bankovi et al., 2017). Katalis basa padat ini dalam bentuk (oksida, hidroksida, karbona, alkoksida dan digliseroksida) telah banyak diuji dalam reaksi Transesterifikasi (Kouzu & Hidaka, 2012). Sumber CaO alami bisa diperoleh dari cangkang kulit kerang (Abdullah, 2015), cangkang telur (Ayodeji et al., 2018), cangkang telur bebek (Tangboriboon et al., 2012), cangkang kerang laut (Sari & Yusuf, 2018), Cangkang bekicot (Sunardi et al., 2013), dan tulang sapi (Ameh & Eterigho, 2022). Konversi  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO dapat dikalsinasi pada suhu 800-1000°C tergantung pada material yang dipilih, dimana cangkang kulit kerang hasil kalsinasi pada suhu 800°C selama 2 jam menghasilkan jumlah CaO lebih tinggi sebesar 98,49% (Abdullah, 2015), tulang sapi dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 2 jam (Ameh & Eterigho, 2022), cangkang bekicot dikalsinasi pada suhu 800°C selama 4 jam (Kurniawan, E. A. Asril,

2019), dan cangkang telur bebek 1000°C selama 5 jam (Nurlaela et al., 2014). Proses kalsinasi terjadi pada suhu yang tinggi agar terbentuk pelepasan senyawa organik dan gas karbon dioksida mengakibatkan persentase massa Ca dari material akan berkurang. Reaksi dekomposisi kalsium karbonat dapat dilihat pada persamaan dekomposisi kalsium karbonat menjadi kalsium oksida 2.8 (Hyatt et al., 1955).



Dekomposisi  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  mulai terbentuk pada suhu 700°C (Hyatt et al., 1955). Penggunaan katalis  $\text{CaO}$  memiliki keunggulan dari segi biaya dan kinerja katalitik  $\text{CaO}$  tinggi pada proses transesterifikasi (Yan et al., 2010). Walaupun begitu, katalis  $\text{CaO}$  memiliki kelemahan yaitu pada suhu ruangan mudah terurai, cepat terhidrasi dengan udara pada tempat terbuka dan mudah terbentuk endapan bila tercampur dengan methanol membuat proses transesterifikasi kurang stabil (Marinkovi et al., 2016). Katalis  $\text{CaO}$  terdapat kelemahan dalam

transesterifikasi karena aktivitas katalitiknya sensitif terhadap kelembapan yang dapat menurunkan laju katalis CaO (Azyan et al., 2018).

Beberapa penelitian katalis CaO sebagai produksi biodiesel sebagai berikut: Balamurugan *et al.* (2020) mensintesis biodiesel dari minyak biji rami menggunakan katalis cangkang telur ayam. Kulit telur dicuci beberapa kali dan dijemur dibawah sinar matahari, setelah kering dihaluskan menggunakan mixer grinder hingga terbentuk serbuk dan dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam untuk mengubah  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO dengan melepaskan karbondioksida. Proses transesterifikasi digunakan rasio minyak:metanol (1:8) menggunakan berat katalis 7% (b/b) dengan suhu 65°C menghasilkan FAME 91%, dan viskositas  $\text{mm}^2/\text{s}$ . Ayodeji et al. (2018) melaporkan hasil XRF kalsinasi pada katalis CaO dari cangkang telur ayam pada suhu 850°C menunjukkan peningkatan kadar CaO dari 96% menjadi 97% dan aktivitas katalitik untuk transesterifikasi minyak kacang kedelai dengan konversi menjadi biodiesel sebesar 91% pada kondisi

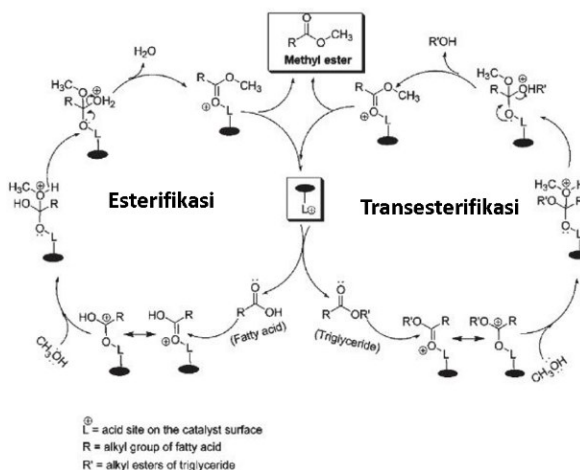
berat katalis 4% (b/b), rasio metanol:minyak (8:1) pada suhu 65°C selama 2 jam. Penelitian Haryono *et al.* (2023) melaporkan aktivitas katalis CaO dalam SiO<sub>2</sub> dari cangkang telur bebek dikalsinasi pada suhu 900°C selama 1 jam menghasilkan luas permukaan katalis sebesar 19,38 m<sup>2</sup>/g, ukuran pori-pori 0,0122 cm<sup>3</sup>/g, dan rata ukuran pori-pori 3,22 nm.

## **5. Katalis Bifungsional asam-basa**

Katalis bifungsional berkaitan dengan penggunaan berat molekul dan terdefinisi secara struktur memiliki dua gugus fungsi yang berbeda untuk menghasilkan atau selektivitas dalam reaksi, biasanya terjadi reaksi adisi polar dari nukleofil dan elektrofil secara stereokimia melalui sistem katalis bifungsional (Dixon, 2016). Katalis bifungsional memiliki sifat lewis atau brosted dan gugus donor ikatan hidrogen secara kiral, efek kerja dari dua gugus fungsi saling melengkapi sehingga dapat meningkatkan reaktivitas dan stereokontrol dalam reaksi (Dixon, 2016). Selain itu, karena banyaknya nukleofil dan elektrofil yang tersedia, jumlah reaksi adisi polar yang dikatalisis melalui katalis

bifungsional (Dixon, 2016). Katalis pada bifungsional dapat menyediakan metode transformasi yang efisien antara substrat kompleks menjadi produk, karena mengintegrasikan langkah-langkah katalitik secara berurutan menghindari pembentukan terhadap pemisahan produk (H. Li et al., 2016). Pada studi katalis biodiesel, konsep katalis heterogen bifungsional telah diperkenalkan di teknologi biodiesel untuk menghasilkan produksi biodiesel yang efisien dari bahan baku yang berbeda. Beberapa penelitian telah dilakukan terhadap penggunaan katalis heterogen bifungsional untuk produksi biodiesel dari bahan baku berbiaya rendah (Farooq & Ramli, 2015). Katalis bifungsional heterogen mempunyai potensi untuk melakukan reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi pada asam lemak dan trigliserida secara efisien, dengan meminimalkan reaksi hidrolisis minyak dan biodiesel untuk menghindari masalah air dan kadar asam lemak bebas yang tinggi (Lee et al., 2015), katalis bifungsional dalam mereaksikan dua tahap secara bersamaan pada reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Secara umum

mekanisme reaksi esterifikasi dan transesterifikasi ditunjukkan pada Gambar 2.3.



**Gambar 2.3** Mekanisme reaksi Esterifikasi dan Transesterifikasi (Kulkarni et al., 2006)

dimana pada tahap esterifikasi asam karboksilat bereaksi dengan alkohol melibatkan katalis homogen asam kuat seperti asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) terjadi lima tahap mekanisme, yaitu: protonasi asam karboksilat, reaksi alkohol, transfer proton, eliminasi molekul air, dan deprotonasi ion hidrogen (Ahmed & Huddersman, 2022). Pada tahap protonasi asam karboksilat menghasilkan ion oksonium yang dapat mengalami reaksi substitusi dengan alkohol

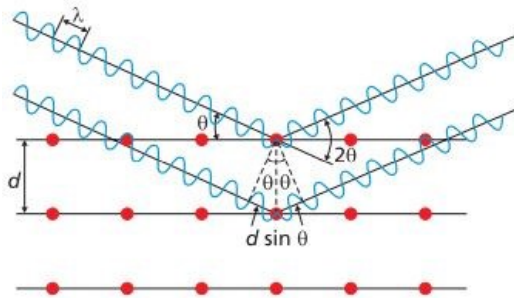
menghasilkan molekul intermediat. Selanjutnya molekul tersebut dapat melepas proton menjadi ester (Christie, 2012). Kemudian muatan positif pada gugus karboil meningkat karena interaksi dan serangan nukleofilik pada pasangan elektron dari gugus hidroksil milik alkohol, sehingga terbentuk senyawa ester dan molekul air (Duarte et al., 2011). Pada reaksi transesterifikasi terjadi pertukaran gugus alkil dari minyak hewani/nabati dengan gugus metil alkohol ( $R-OH$ ) dikatalisis dengan katalis basa, dimana mekanisme transesterifikasi terjadi dengan gugus karbonil ester mengalami serangan nukleofilik membentuk alkoksida dari katalis membentuk molekul metil ester dan gliserol (Patel & Shah, 2015).

## **6. Instrumentasi**

### **a. XRD**

XRD (*X-ray Diffraction*) adalah teknik berteknologi tinggi dan tidak merusak, biasa digunakan untuk menganalisis berbagai bahan termasuk cairan, logam, mineral, polimer, katalis, plastik, obat-obatan, lapisan sel surya, dan semikonduktor. Teknik ini praktis di berbagai bidang

industri, termasuk mikroelektronika, pembangkit listrik, dan masih banyak lagi. Analisis XRD dapat dengan mudah mendeteksi adanya cacat pada struktur kristal tertentu, tingkat ketahanannya terhadap tekanan, teksturnya, ukuran dan derajat kristalinitasnya (Bunaciu & S, 2015). Ketika foton dari sinar-X mencapai materi, beberapa jenis interaksi terjadi efek penyerapan dan hamburan yang disebut hamburan Rayleigh. Hamburan ini terjadi antara foton dan elektron yang mengelilingi inti atom sehingga energi yang tersebar oleh gelombang tidak berubah dan mempertahankan fasanya dengan gelombang (Dinnebier & Billinge, 2008). Metode ini didasarkan pada difraksi sinar-X secara periodik dan dideteksi sudut atau energi dari sinyal difraksi (Epp, 2016) skema sinar difraksi foton dari bidang kisi (Gambar 2.4)



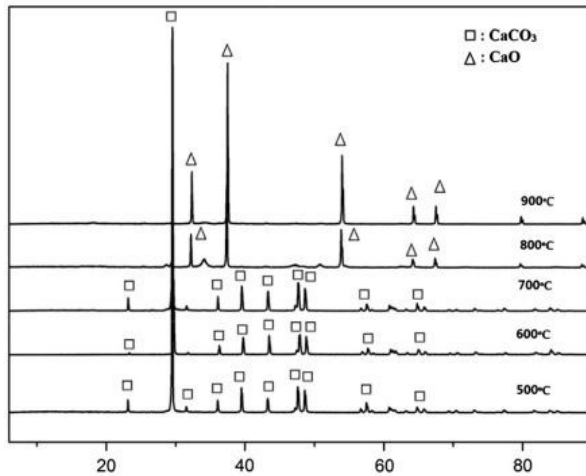
**Gambar 2.4** Kondisi geometri sinar difraksi foton dari bidang kisi (Ermrich, 2011)

Persamaan hukum Bragg's pada rumus 2.9, dimana  $n$  adalah order difraksi,  $\lambda$  panjang gelombang (nm),  $d_{hkl}$  adalah jarak kisi dalam satuan nm dan  $\theta$  sudut berkas difraksi dalam derajat. sebagai berikut (Rini & Restiana, 2019):

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin (\theta) \quad (2.9)$$

Pola diffractogram XRD pada suhu  $<800^{\circ}\text{C}$  masih terdapat fasa  $\text{CaCO}_3$  sebagai fasa utama, sedangkan fasa  $\text{CaO}$  puncak intensitasnya masih rendah atau fasa utamanya lebih sedikit dibandingkan  $\text{CaCO}_3$ . Puncak diffractogram pada suhu  $<800^{\circ}\text{C}$  dapat terlihat pada  $2\theta = 23,12^{\circ}; 26,31^{\circ}; 36,36^{\circ}; 39,49^{\circ}; 43,29^{\circ}; 47,29^{\circ}; 47,58^{\circ}$  dan  $48,58^{\circ}$ . Sedangkan

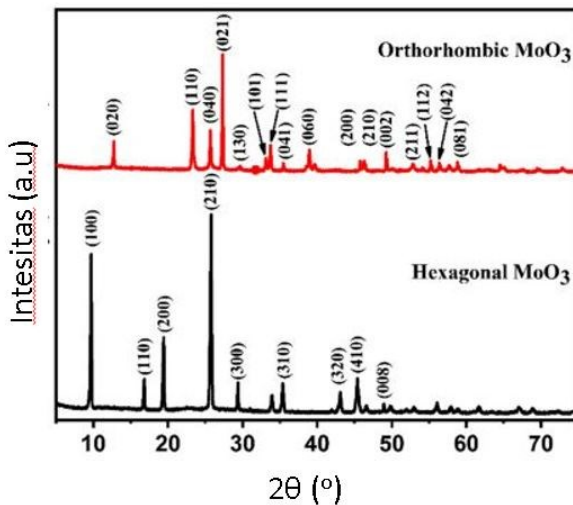
pada  $>800^{\circ}\text{C}$  mulai terlihat puncak difragrogram fasa CaO terlihat pada  $2\theta = 34,12^{\circ}$ ;  $37,48^{\circ}$ ;  $53,98^{\circ}$ ;  $64,46^{\circ}$  dan  $67,49^{\circ}$  terbentuk pada suhu kalsinasi  $800^{\circ}\text{C}$  dan  $900^{\circ}\text{C}$  (Yin et al., 2016) ditunjukkan pada Gambar 2.5 XRD dari cangkang telur bebek.



**Gambar 2.5** Pola XRD kalsinasi cangkang telur bebek pada suhu  $600-900^{\circ}\text{C}$  (Yin et al., 2016)

Pada pola difragtogram dari ammonium heptamolibdat tetrahidrat atau  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dikalsinasi pada suhu  $450^{\circ}\text{C}$  terlihat bahwa puncak dari  $h\text{-MoO}_3$  dan fasa  $\alpha\text{-MoO}_3$  menunjukkan fasa kristalinitas yang berbeda, berupa fasa heksagonal dan fasa ortorombik yang sangat kristalin karena

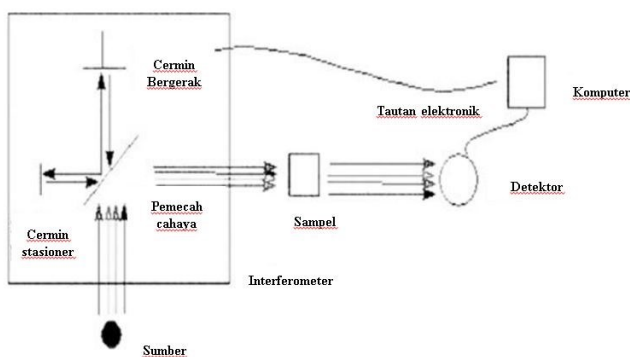
puncak diffragrogram cukup tajam dan melebar. Puncak difraktogram terlihat pada intensitas maksimumnya dengan nilai indek miller yaitu (100), (110), (210), (300), (310), (320), (410), dan (008) untuk  $h$ -MoO<sub>3</sub> (210) pada posisi 25,78° dan (021) posisi 27,32° dengan intensitas tinggi, sedangkan puncak difraksi untuk  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> (020), (110), (040), (021), (111), dan (002). Semua puncak dari kedua fasa hanya terdapat ortorombik dan heksagonal, fasa lain dari MoO<sub>3</sub> tidak ditemukan dalam pola difraksi MoO<sub>3</sub> (Sen et al., 2019) ditunjukkan pada Gambar 2.6 dekomposisi dari ammonium molibdat tetrahidrat.



**Gambar 2.6** Pola XRD dari MoO<sub>3</sub> (Sen et al., 2019)

## b. FTIR

Spektrum Infrared (IR) adalah teknik yang didasarkan pada vibrasi atom dalam suatu molekul atau mineral (Petit & Madejova, 2013). Hasil vibrasi untuk mengukur frekuensi serapan radiasi menghasilkan spektrum yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan senyawa, terdapat juga beberapa pengotor sehingga menghasilkan pita karakteristiknya sendiri di wilayah IR (Thomas et al., 2017). Spektrum IR dapat diukur menggunakan sampel yang dapat dianalisis dalam fasa cair, padat, atau gas (Thomas et al., 2017) ditunjukkan pada Gambar 2.7 skema diagram instrument FTIR.



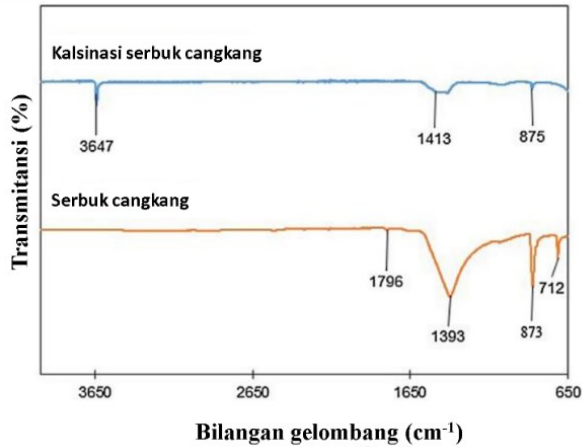
**Gambar 2.7** instrument FTIR (Thomas et al., 2017)

Desain dasar instrumen beserta fungsinya, sebagai berikut (Thomas et al., 2017):

- 1) Sumber: Energi IR yang dipancarkan dari sumber benda hitam yang bersinar, akan melewati celah yang mengontrol jumlah energi yang akan terjadi pada sampel.
- 2) Interferometer: sinar yang masuk ke tempat interferometer terjadi “pengkodean spektra”, sehingga sinyal interferogram yang dihasilkan akan keluar dari interferometer.
- 3) Sampel: Sinar memasuki kompartemen sampel tergantung pada jenis analisis yang dilakukan. Disinilah frekuensi energi pada sampel diserap.
- 4) Detektor: Sinar diteruskan ke detektor untuk pengukuran akhir. Detektor dirancang khusus untuk mengukur tanda khusus pada interferogram.
- 5) Kisi refleksi: jarak alurnya sekitar  $120 \text{ mm}^{-1}$  untuk mengurangi efek tumpeng tindih dan menghindari kemungkinan radiasi nyasar, filter atau prisma dilapisi beberapa filter untuk memindai wilayah yang luas.

- 6) Cermin: Cermin digunakan untuk memfokuskan dan mengkolimasi radiasi Infrared (IR). Umumnya terbuat dari Pyrex atau bahan lain dengan koefisien ekspansi termal yang rendah. Permukaan depan dilapisi dengan logam tipis seperti Al, Ag, atau Au yang diendapkan secara vakum.
- 7) Komputer: Sinyal yang diukur adalah sinyal digital yang dikirim ke computer, hasil FT-IR berupa intensitas (%) dan bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ).

Profil Spektrum FTIR dari kalsinasi cangkang telur pada suhu  $900^{\circ}\text{C}$  dan serbuk cangkang telur dari  $\text{CaCO}_3$  pada bilangan gelombang  $1393\text{ cm}^{-1}$ ,  $873\text{ cm}^{-1}$ , dan  $712\text{ cm}^{-1}$ . Transformasi fasa  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  terlihat pada  $1413$  dan  $875\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi serapan tajam ikatan  $\text{Ca-O}$ , dimana terdapat vibrasi  $\text{Ca-OH}$  terlihat pada  $3647\text{ cm}^{-1}$  (Yilmaz et al., 2019) ditunjukkan pada Gambar 2.8 FTIR serbuk cangkang dan kalsinasi serbuk cangkang.



**Gambar 2.8** FTIR serbuk cangkang dan kalsinasi serbuk cangkang (Yilmaz et al., 2019)

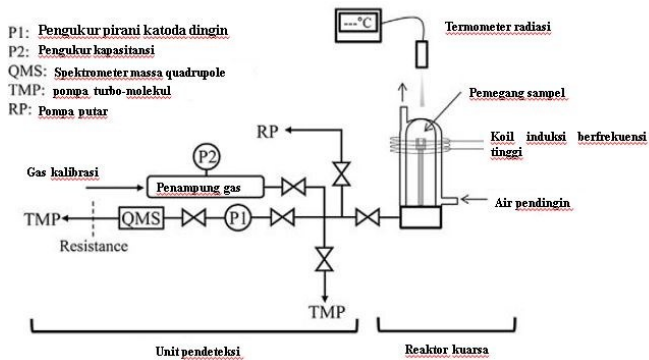
### c. TPD-CO<sub>2</sub>

TPD (*Temperature Programmed Desorption*) dikenal sebagai spektroskopi desorpsi termal adalah pengukuran dinamis yang memantau evolusi gas saat dipanaskan. Evolusi gas dapat dipantau oleh sensor tekanan, pengukur aliran massa, atau dengan menggunakan spektrometer massa (MS). TPD dapat digunakan untuk mempelajari kinetika dan mekanisme reaksi, mendeteksi reaksi pada permukaan, pengotor material, dan komposisi. Misalnya menganalisis suhu desorpsi sebagai fungsi memvariasikan laju pemanasan pada sampel

digunakan untuk mengkarakterisasi energi aktivasi untuk gas (Hurst et al., 2013). Teknik TPD suhu meningkat secara linier dan konsentrasi gas yang terdesorpsi dicatat sebagai fungsi suhu, sedangkan kalorimetri melibatkan adsorpsi gas ke permukaan sampel sementara itu dijaga pada suhu konstan dan detector saluran panas akan memancarkan sinyal sebanding dengan jumlah perpindahan panas per satuan waktu. Jenis absorpsi gas yang dapat digunakan berupa gas  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ , dan  $\text{H}_2\text{O}$ . Gas yang paling sering digunakan untuk titrasi asam atau situs permukaan biasanya digunakan gas  $\text{NH}_3$ , piridin,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ , dan  $\text{SO}_2$  (Rakic & Damjanovi, 2013).

Peralatan analisis untuk TPD terdiri dari dua bagian besar, yaitu reactor kuarsa unit dan unit pendeteksi vakum bertekanan tinggi. Pada unit berkas terdapat tempat sampel yang terbuat dari grafit berlapis karbon pirolitik, di dalam reaktor kuarsa dan tempat sampel dipanaskan dengan metode induksi berfrekuensi tinggi. Sedangkan unit pendeteksi terdiri dari QMS (*Quadrupole mass spectrometer*), penampung gas, dan dua saluran TMP (*turbomolecular*

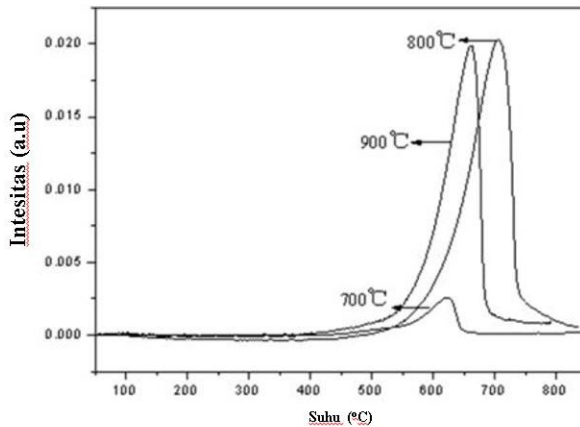
pumps) untuk mempertahankan tekanan dasar sebesar  $1 \times 10^{-5}$  Pa dan menentukan secara kuantitatif jumlah CO, CO<sub>2</sub>, dan H<sub>2</sub>O dengan sensitivitas sekitar 0,1 mol/s (Ishii & Kyotani, 2016) Skema peralatan TPD ditunjukkan pada Gambar 2.9.



**Gambar 2.9** Skema peralatan TPD (Ishii et al., 2014)

Pada profil TPD-CO<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 2.10 dari cangkang telur dikalsinasi pada suhu yang berbeda menunjukkan puncak yang luas diatas 500°C. Pada hasil kalsinasi pada suhu 800°C profil TPD menunjukkan satu puncak yang kuat dan tajam diatas 700°C, yaitu karakteristik desorpsi CO<sub>2</sub> dari situs basa kuat. Sedangkan hasil kalsinasi pada suhu diatas 800°C, kekuatan dari logam oksida alkali dalam

aktivitas katalitik untuk transesterifikasi meningkat relative cukup besar (Z. Li et al., 2021).

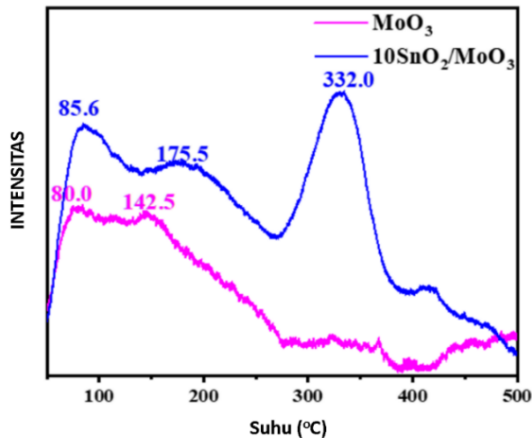


**Gambar 2.10** TPD-CO<sub>2</sub> katalis CaO dari cangkang telur (L. Sun et al., 2019)

#### d. TPD-NH<sub>3</sub>

Metode teknik TPD-NH<sub>3</sub> (*temperature Programmed-ammonia*) dalam kebanyakan kasus, keasaman logam oksida berperang penting dalam berbagai reaksi, akibatnya keasaman logam oksida memiliki sifat-sifat asam padat yang terdiri dari kekuatan, jenis, dan sejumlah situs asam. Metode TPD-NH<sub>3</sub> adalah metode ideal yang digunakan untuk menentukan situs aktif asam dalam sebuah katalis (Chester & Derouane, 2001). Gas ammonia (NH<sub>3</sub>)

berinteraksi dengan situs asam bronsted dan lewis, sehingga sifat situs tersebut dapat terdesorpsi dan adsorpsi dari situs lewis lebih kuat dibandingkan situs bronsted (Demmin & Gorte, 1984). Profil TPD-NH<sub>3</sub> dari MoO<sub>3</sub> terdapat dua serapan pada suhu 80°C dan 142°C yang menunjukkan adanya adsorpsi NH<sub>3</sub> pada situs asam lemah ditunjukkan pada Gambar 2.11 (J. Zhang et al., 2021).



**Gambar 2.11** TPD-NH<sub>3</sub> MoO<sub>3</sub> (J. Zhang et al., 2021)

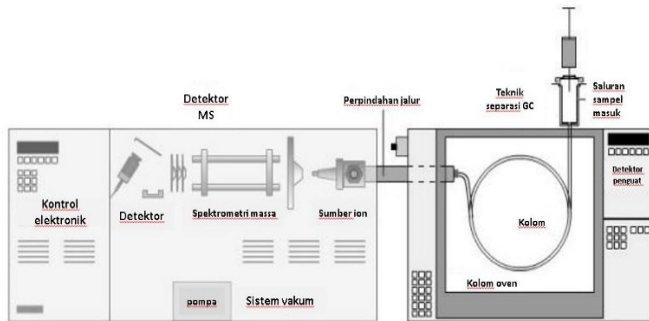
#### e. GC-MS

GC (*Gas Chromatography*) adalah salah satu jenis kromatografi yang fasa geraknya berupa gas, biasanya gas inert (He<sub>2</sub> atau N<sub>2</sub>) dan fasa diamnya adalah lapisan mikroskopis berupa cairan atau

polimer pada padatanan inert penyangga didalam pipa kaca atau logam yang disebut kolom. Kolom kapiler yang berisi fasa diam tidak mudah menguap, sehingga komponmen dalam sampel dipisahkan satu sama lain karena membutuhkan waktu yang lebih lama untuk melewati kolom dari yang lain. Spektrometri massa (MS) adalah detektor untuk GC sebagai sampel yang keluar dari ujung kolom GC yang terfragmentasi dan fragmen diurutkan berdasarkan massa untuk membentuk pola framgmentasi (Hussain & Maqbool, 2014).

*Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) adalah metode analisis yang menggabungkan kromatografi gas-cair dan spektrometri massa untuk mengidentifikasi berbagai zat pada sampel uji. Gas Chromatography dapat memisahkan senyawa volatil dan semi-volatil dengan resolusi tinggi. MS memberikan informasi mengenai structural tentang sebagian besar senyawa sedemikian rupa sehingga dapat diidentifikasi secara tepat. Instrumen. GC-MS terdiri dari dua komponen instrument utama. Bagian kromatografi gas terpisah dalam sampel menjadi gas berdasarkan volalitasnya dengan mengalirkan gas

innert (fasa gerak) yang membawa sampel ke fasa diam. Pada Gambar 2.12 menunjukan skema digram GC-MS pada bagianya dan fungsinya, sebagai berikut:



**Gambar 2.12** Peralatan GC-MS (Hussain & Maqbool, 2014)

Bagian komponen dari GC-MS beserta fungsinya, sebagai berikut (Hussain & Maqbool, 2014):

### 1) Suplay gas

Gas pembawa diuapkan dari silinder melalui regulator dari pipa ke instrument. Hal ini terjadi untuk memurnikan gas terhadap sampel dan memastikan pasokan gas bertekanan tinggi terhadap instrument GC-MS.

## **2) Injektor**

Sampel diuapkan dan gas yang dihasilkan dimasukkan ke dalam aliran pembawa melalui kolom GC sehingga sampel menguap membentuk campuran pembawa gas, pelarut yang diuapkan dan zat terlarut yang diuapkan.

## **3) Kolom**

Pada bagian ini menggunakan fasa gerak gas untuk mengangkut komponen sampel melalui kolom yang dikemas dengan partikel silica berlapis, fasa diam yang dilapisi masuk ke dinding bagian dalam. Umumnya panjang kolom kapiler 10-120 m dan bagian dalamnya berdiameter 0,10-0,50 mm. Kolom GC cenderung memiliki panjang 1-5 m dengan diameter dalamnya 2-4 mm.

## **4) Kolom oven**

Kromatografi gas mempunyai oven yang suhunya dapat diprogram, suhu pada oven kromatografi gas biasanya berkisar dari 5°C hingga 400°C dan dilengkapi dengan pendingin kriogenik pada suhu -25°C pada instrument GC-MS.

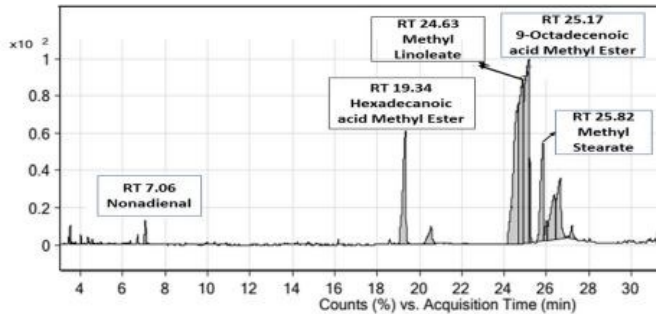
## **5) Spectrometer massa**

Pemisahan ion fasa gerak ke fasa diam dicapai dalam spectrometer massa menggunakan medan listrik atau magnet untuk membedakan ion.

## **6) Sumber ion**

Dari sumber ion, produk dionisasi sebelum dianalisis dalam spectrometer massa, yang dipancarkan dari filament yang dipanaskan untuk terionisasi. Ion-ion yang dihasilkan secara elektrik didorong keluar dari sumber ion oleh tegangan positif pada elektroda repeller.

Pada hasil GC-MS yang dilaporkan oleh Velmurugan & Warriar, (2022) kromatogram biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis  $\text{MgO-SnO}_2$  menunjukan puncak dari metil ester asam 9-oktadekenoat dengan waktu retensi 25,17 menit. Mulyatun et al., (2023) melaporkan biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis bifungsional  $\text{V}_2\text{O}_5\text{-CaO}$  menghasilkan 8 metil ester (FAME) dari kromatogram metil laurat, metil miristat, metil palmitoleat, metil palmitat, metil linoleat, metil oleat, metil stearat, dan metil arakat. Spektrum GC-MS biodiesel ditunjukkan pada Gambar 2.13.



**Gambar 2.13** Kromatogram dari biodiesel dari minyak jelantah (Velmurugan & Warriar, 2022)

## B. Kajian hasil penelitian yang relevan

Mulyatun *et al.*, (2023) mensintesis katalis bifungsional  $2\%V_2O_5.CaO$  dengan metode *physical mixing* sebagai produksi metil ester dari minyak jelantah berhasil memperbesar luas area permukaan katalis dan memperkecil ukuran pori-pori pada katalis. Barbarosa *et al.*, (2010) mensintesis biodiesel dari pencampuran minyak jarak pagar dan minyak kacang kedelai menggunakan pelarut etanol dengan katalis KOH didapat waktu optimum reaksi selama 4 jam menghasilkan FAEE (*Free Acid Ethyl Ester*) 96%, Viskositas ( $40^\circ C$ ) sebesar  $4,9 \text{ mm}^2/\text{s}$ , dan massa jenis ( $40^\circ C$ )  $0.925 \text{ g/cm}^3$ . Roschat *et al.* (2016) mensintesis minyak jarak pagar menggunakan katalis heterogen CaO dari batu kapur

melaporkan suhu optimal produksi CaO pada suhu 800°C, jumlah katalis 6% pada suhu 65°C, rasio metanol:minyak (15:1) menghasilkan FAME (*Free Acid Methy Ester*) sebesar 95,63%. Wicaksono & Kusumaningtyas, (2019) melaporkan penambahan logam ZnO mampu meningkatkan aktivitas katalitik yang lebih tinggi dibandingkan katalis CaO dengan menghasilkan yield biodiesel sebesar 97,79%. Hashmi *et al.* (2016) minyak jarak pagar sebagai bahan baku dengan katalis heterogen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.CaO 6% (b/b) dengan rasio minyak:metanol (1:5), kecepatan pengadukan 600 rpm, pada suhu 100°C selama 3 jam menghasilkan yield biodiesel 82,3%. Ferreira *et al.* (2019) mensintesis biodiesel dengan mengetahui pengaruh kalsinasi pada katalis MoO<sub>3</sub> dengan metode physical mixing sebagai aplikasi biodiesel dari minyak kedelai dihasilkan yield biodiesel tertinggi pada suhu kalsinasi 600°C menghasilkan FAME >90%. Aktivitas katalitik MoO<sub>3</sub> mengalami penurunan FAME pada suhu >700°C menjadi 43,2%, dan tingkat keasamaan MoO<sub>3</sub> pada suhu 600°C sebesar 16,2 mmol/g. Gonzaga *et al.*, (2021) mensintesis katalis bifungsional Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO dengan metode pertukaran ion berhasil meningkatkan luas area permukaan CaO dari 7,99 menjadi 12,15 m<sup>2</sup>/g, situs

basa 65,06  $\mu\text{mol}$ , situs asam 238,19  $\mu\text{mol}$ , dan FAME sebesar 92%. Mohebbi et al., (2020) penambahan 25% $\text{MoO}_3$  pada B-ZSM-5 mampu meningkatkan kristanilitas, luas permukaan, dan struktur mesopori dengan konversi biodiesel tertinggi sebesar 98%. Elias et al., (2020) penambahan logam oksida  $\text{CaO}$  pada  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mampu menurunkan kadar FFA yang signifikan dan menghasilkan FAME tertinggi 98%.

### **C. Hipotesis**

Berdasarkan review yang telah dilakukan hipotesis penelitian katalis bifungsional 3% $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  dapat memberikan aktivitas katalitik yang lebih baik dari  $\text{CaO}$  dalam mensintesis biodiesel dari minyak jelantah dengan kadar FFA yang tinggi.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Alat dan bahan**

##### **1. Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini sebagai berikut: gelas beaker, gelas ukur, corong pisah, hotplate stirrer, cawan porselin, neraca analitik, *magnetic stirrer* ukuran 30 mm, pikometer, satu set rangkaian alat reflux dilengkapi kondensor, oven, Thermo Scientific Thermolyne Muffle Furnace, X-Ray Diffraction (XRD, Shimadzu XRD-7000), Fourier Transform-Infra Red (FTIR, Perkin-Elmer UATR Spectrum Two), , Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS, Shimadzu GCMS-OP2010 SE), dan Temperature Programmed Desorption of ammonia (TPD-NH<sub>3</sub>, *Chemisorb 2750 Micromeritics*), dan Temperature Programmed Desorption of carbon dioxide (TPD-CO<sub>2</sub>, *Chemisorb 2750 Micromeritics*).

##### **2. Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini sebagai berikut: Aquades, metanol CH<sub>3</sub>OH (99%, merck), cangkang telur bebek dibeli melalui toko warung makan,

Kalium Hidroksida KOH (99%, merck), indikator PP (*Phenolphthalen*), n-heksana C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> (99%, merck), dan Ammonium heptamolibdat tetrahidrat (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O (99,9%, merck), Nilai FFA (*Free Fatty Acid*), densitas (40°C), dan bilangan asam dapat dilihat pada tabel 3.1 pada minyak jelantah (diambil dari restoran dan rumah makan sekitar ngaliyan, Kota Semarang, Indonesia) dan asam klorida HCl (37%, merck).

## **B. Prosedur Kerja**

### **1. Treatment minyak jelantah**

Minyak jelantah harus dilakukan pre-treatment untuk menghilangkan partikel padat, garam, dan air. Minyak goreng bekas disaring untuk menghilangkan partikel padat dan ditambahkan dengan air panas pada suhu 80°C kedalam minyak yang dipanaskan sebelumnya. Setelah itu, minyak dipisahkan dan dipanaskan pada suhu 80°C untuk menguapkan sisa-sisa air dalam minyak (Gonzaga et al., 2021). Selanjutnya, hasil treatment minyak jelantah digunakan dalam mengetahui aktivitas katalitik katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO untuk produksi biodiesel.

**Tabel 4.1** Karakteristik densitas (40°C), FFA, dan bilangan asam dari minyak jelantah

| parameter                      | hasil  | satuan   |
|--------------------------------|--------|----------|
| densitas (40°C)                | 0,9033 | g/mL     |
| FFA ( <i>Free Fatty Acid</i> ) | 7,52   | %        |
| bilangan asam                  | 14,59  | mg.KOH/g |

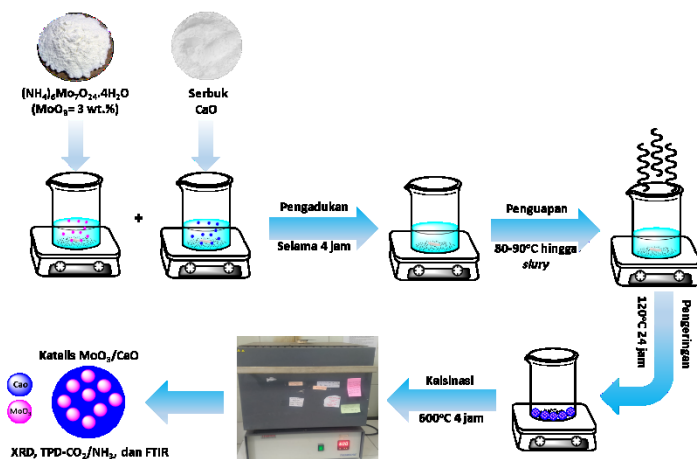
## 2. Preparasi Katalis CaO

Cangkang telur bebek dibersihkan lalu dicuci menggunakan akuades sampai selaput kulit putih telurnya benar-benar hilang dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 24. Setelah itu digerus menjadi potongan kecil menggunakan mortar alu hingga menjadi bubuk halus dan diayak ukuran 40 mesh. Serbuk cangkang telur bebek dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam hingga menjadi serbuk abu berwarna putih (Buasri et al., 2013). Serbuk hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan instrument XRD, FTIR dan TPD-CO<sub>2</sub>.

## 3. Preparasi Katalis MoO<sub>3</sub>/CaO

Ammonium heptamolibdat tetrahidrat atau (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O digunakan untuk prekursor dalam impregnasi molibdenum trioksida (MoO<sub>3</sub>) disupport CaO dari cangkang telur bebek dengan metode impregnasi basah. Garam (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O (persentase loading

MoO<sub>3</sub> = 3%wt.) dilarutkan dalam akuades diaduk hingga homogen dan dicampur dengan larutan CaO (24,25 g dilarutkan 100 mL akuades) diaduk dengan magnetik stirrer pada suhu kamar selama 4 jam. Setelah itu campuran larutan dipanaskan pada suhu 80-90°C untuk menguapkan air hingga terbentuk bubur (*slury*) berwarna putih. Bubur dikeringkan pada suhu 120°C selama 24 jam hingga kering dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 4 jam (Kaur & Ali, 2015), skema sintesis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO ditunjukkan pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Skema sintesis katalis heterogen bifungsional MoO<sub>3</sub>/CaO

Katalis heterogen bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO disimpan dalam botol vial dan dimasukkan kedalam

desikator. Setelah itu dikarakterisasi menggunakan instrumen FT-IR, XRD, TPD-NH<sub>3</sub>, dan TPD-CO<sub>2</sub>. Hasil karakterisasi katalis heterogen bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO selanjutnya akan digunakan pada proses simultan esterifikasi-transesterifikasi menggunakan minyak jelantah untuk mengetahui aktivitas katalik terhadap produksi biodiesel.

#### **4. Karakterisasi Katalis**

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) pada CaO dan MoO<sub>3</sub>/CaO untuk mengetahui gugus fungsi dengan dilengkapi dengan ATR (*Attenuated Total Reflection*) dengan metode pelet KBr pada bilangan gelombang 4000-500 cm<sup>-1</sup>.

Karakterisasi XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa dari CaO dan MoO<sub>3</sub>/CaO pada sudut  $2\theta = 10^\circ$ - $90^\circ$  menggunakan sinar radiasi Cu K $\alpha$  monokromatik ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ).

Karakterisasi TPD-CO<sub>2</sub> dan NH<sub>3</sub> untuk mengetahui kekuatan keasaman dan keasaman menggunakan alat Chemisorb 2750 Micromeritics, dilakukan proses pre-treatment dengan pemanasan pada suhu 350°C selama 60 menit dialiri gas He dalam kondisi inert (50 mL/menit).

Proses adsorpsi CO<sub>2</sub> atau NH<sub>3</sub> (5% dalam He, v/v) pada suhu ruang selama 30 menit, lalu di-*purging* dengan gas He (innert) pada suhu ruang selama 30 menit. Setelah itu, proses desorpsi CO<sub>2</sub> atau NH<sub>3</sub> dilakukan dari suhu ruang hingga suhu 800°C dengan mengalirkan gas He dengan laju kenaikan suhu (heating rate) sebesar 10°C/menit, ditahan selama 30 menit, dan dideteksi oleh signal TCD.

## **5. Uji Aktivitas katalis CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO**

Uji aktivitas katalis heterogen CaO dan bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dilakukan dalam reaktor batch berleher dua dengan dasarnya alas bulat berukuran 250 mL dilengkapi dengan kondensor refluks, *magnetic stirrer*, dan termometer. Sebanyak 45,156 g minyak jelantah ditambahkan dengan metanol (rasio mol minyak:metanol 1:6) ditambahkan katalis 1% (0,45156 g) dicampurkan sambil diaduk dengan kecepatan konstan 300 rpm menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 65°C±0,5 selama 2 jam (Wicaksono & Kusumaningtyas, 2019). Setelah itu, dipindahkan ke dalam gelas beaker dengan ditambahkan 10 mL larutan HCl 2M diaduk menggunakan hotplate stirrer pada suhu 80°C selama 10 menit, lalu ditambahkan 10 mL N-heksana diaduk menggunakan hotplate stirrer pada suhu 80°C selama 10

menit. Hasil pencampuran dimasukan kedalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk lapisan bawah (gliserol) dan lapisan atas adalah biodiesel. Setelah itu dipisahkan antara gliserol dan biodiesel. Lapisan atas biodiesel yang sudah dipisahkan diuapkan dengan rotary evaporator pada suhu 69°C hingga tidak menguap. Selanjutnya biodiesel dipanaskan selama 15-30 menit pada suhu 100°C dengan kecepatan pengaduk 150 rpm (Mulyatun et al., 2023).

#### **4. Analisis FAME biodiesel menggunakan GC-MS**

Karakterisasi biodiesel menggunakan instrumen GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) merek Shimazu GCMS-QP 2010 SE. Perhitungan FAME (%) dibandingkan antara waktu retensi komponen dan spectrum massa dari database spectrum massa NIST 62 dan Wiley 7 untuk mengidentifikasi komposisi metil ester biodiesel(Pandiangan et al., 2023). Biodiesel yang sudah dikarakterisasi menggunakan GC-MS dihitung nilai FAME Yield dapat dilihat pada persamaan 3.1(Rabie et al., 2019):

$$\text{FAME Yield (\%)} = \left( \frac{\text{Berat biodiesel} \times \text{FAME (\%)}}{\text{minyak jelantah (g)}} \right) \times 100\% \quad (3.1)$$

Konversi FFA dalam minyak jelantah dapat dihitung dari nilai rata-rata bilangan asam minyak menggunakan persamaan (3.2) sebagai berikut (Wang et al., 2006):

$$\text{Konversi FFA (\%)} = \left(1 - \frac{AV_B}{AV_{MJ}}\right) \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan:

$AV_B$  = bilangan asam produk biodiesel

$AV_{MJ}$  = bilangan asam minyak jelantah

## **5. Analisis Densitas (40°C) biodiesel**

Sebanyak 5 g biodiesel dipanaskan pada suhu 40°C menggunakan hotplate stirrer sambil diaduk dengan kecepatan 100 rpm, lalu dimasukkan kedalam piknometer ukuran 5 mL dan ditimbang dengan neraca analitik. Perhitungan massa jenis pada biodiesel menggunakan persamaan (3.3):

$$\text{Densitas (g/mL)} = \left( \frac{m_{\text{biodiesel}} - m_{\text{piknometer kosong}}}{\text{Volume piknometer (mL)}} \right) \quad (3.3)$$

## **6. Analisis Bilangan asam biodiesel**

Sebanyak 1 g biodiesel dimasukkan kedalam erlenmeyer dengan ditambahkan 20 mL metanol dan 2-3 tetes indikator PP. Setelah itu dilakukan titrasi menggunakan larutan KOH 0,1 N sebanyak tiga kali

sampai terbentuk warna merah muda. Perhitungan bilangan asam pada biodiesel menggunakan persamaan 3.4:

$$\text{Bilangan asam (mg-KOH/g)} = \left( \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}}}{W_{\text{sampel}} \text{ (g)}} \times 56,1 \right) \quad (3.4)$$

Keterangan:

$V_{\text{KOH}}$  = volume KOH yang dibutuhkan untuk titrasi terhadap sampel (mL)

$N_{\text{KOH}}$  = normalitas KOH yang digunakan terhadap sampel (N)

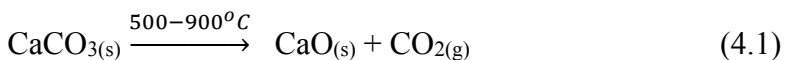
$W_{\text{sampel}}$  = berat sampel (g)

## BAB IV

### HASIL PEMBAHASAN

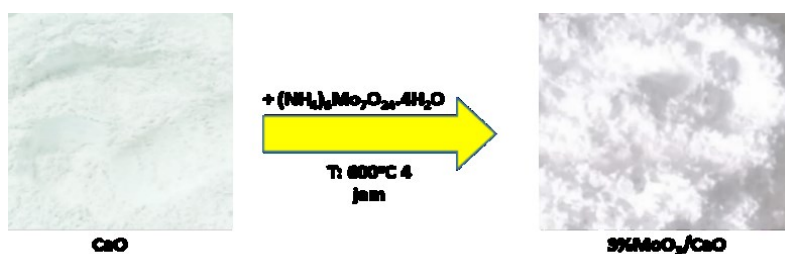
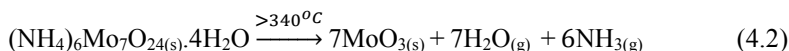
#### A. Sintesis katalis CaO dan Bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

Sumber katalis CaO pada penelitian ini disintesis berasal dari cangkang telur bebek. Sintesis katalis CaO dilakukan dengan mencuci cangkang telur dengan akuades, setelah itu dikeringkan pada suhu 105°C selama 24 jam bertujuan untuk menguapkan air. Cangkang telur yang sudah kering di tumbuk menggunakan mortar alu dan diayak 40 mesh yang bertujuan untuk mendapatkan luas area permukaan yang sama. Serbuk kering dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam (Buasri et al., 2013). Selama proses kalsinasi cangkang telur bebek 95,36% fasa CaCO<sub>3</sub> terdekomposisi menjadi fasa CaO (Dewi et al., 2023). Proses kalsinasi adalah reaksi penguraian senyawa CaCO<sub>3</sub> dengan pembakaran suhu tinggi, dimana CaCO<sub>3</sub> terdekomposisi menjadi CaO pada rentang suhu 500-900°C (Razali et al., 2021). Skema reaksi dekomposisi CaCO<sub>3</sub> dari cangkang telur bebek menjadi CaO dapat dilihat pada persamaan 4.1 (Razali et al., 2022).



Sumber katalis  $\text{MoO}_3$  dapat berasal dari prekursor  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Shaheen & Selim, 2000) dan  $\text{bis}(\text{t-N}^i\text{Bu})_2(\text{NMe}_2)_2\text{Mo}$  (Sian & Reddy, 2004). Pada penelitian ini katalis  $\text{MoO}_3$  berasal dari  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  yang akan digunakan sebagai prekursor dalam mensintesis  $\text{MoO}_3$  disupport  $\text{CaO}$ . Katalis heterogen bifungsional  $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  disintesis dengan metode impregnasi basah, sebanyak 24,25g  $\text{CaO}$  hasil kalsinasi dan  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam akuades secara terpisah hingga homogen. Larutan dicampurkan dan diaduk dengan magnetik stirrer pada suhu kamar selama 4 jam ditutup pada bagian atas gelas beaker menggunakan aluminium foil. Campuran larutan diuapkan dengan hotplate pada suhu  $80\text{-}90^\circ\text{C}$  bertujuan untuk menguapkan air dalam campuran hingga terbentuk seperti bubur (*slury*) berwarna putih dan dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 24 jam untuk memaksimalkan penguapan air pada endapan katalis. Serbuk putih hasil pengeringan dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 4 jam hingga terbentuk serbuk berwarna putih ditunjukkan pada Gambar 4.1, menurut Hanafi et al., (1981) melaporkan dekomposisi  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  pada tahap pertama, mulai terjadi pelepasan air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) dan ammonia ( $\text{NH}_3$ ) pada suhu  $80\text{-}110^\circ\text{C}$  membentuk  $(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 2,5\text{MoO}_3$ . Tahap kedua pada rentang

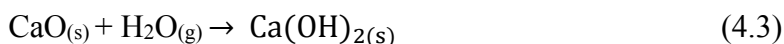
suhu 210-230°C membentuk senyawa  $(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 4\text{MoO}_3$  mengalami transformasi menjadi  $(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 12\text{MoO}_3$ . Tahap ketiga,  $(\text{NH}_3)\text{O} \cdot 12\text{MoO}_3$  pada suhu 260°C menjadi  $(\text{NH}_4)\text{O} \cdot 22\text{MoO}_3$ . Pada Tahap keempat  $(\text{NH}_4)\text{O} \cdot 22\text{MoO}_3$  pada suhu 280°C terjadi pelepasan  $\text{NH}_3$  terdekomposisi membentuk molibdenum oksida dalam bentuk hidrat ( $\text{MoO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ). Tahap kelima,  $\text{MoO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  ada suhu 310-350 °C terbentuk produk akhir berupa molibdenum trioksida atau  $\text{MoO}_3$ . Skema reaksi dekomposisi dari ammonium heptamolibdat tetrahidrat dapat dilihat pada persamaan reaksi 4.2 (Hanafi et al., 1981; Shaheen & Selim, 2000):



**Gambar 4.1** Skema katalis heterogen CaO menjadi bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

Pada proses impregnasi katalis heterogen bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO pada suhu 600°C hal ini dikarenakan katalis CaO mudah sekali terhidrasi dengan air membentuk  $\text{Ca}(\text{OH})_2$

pada udara terbuka (Kerru et al., 2020; Roschat et al., 2016). Menurut Kaur & Ali, (2015) melaporkan dekomposisi  $\text{Ca(OH)}_2$  pada suhu 500-600°C terbentuk menjadi fasa  $\text{CaO}$ . Oleh karena itu, pemilihan suhu 600°C diharapkan dapat menurunkan intensitas dari fasa  $\text{Ca(OH)}_2$  dan meningkatkan  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  transformasi menjadi  $\text{CaO}$  dan  $\text{MoO}_3$  menghasilkan katalis bifungsional 3% $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  berwarna putih. Skema reaksi dapat dilihat pada persamaan 4.3-4.4 kalsium hidroksida menjadi kalsium oksida.



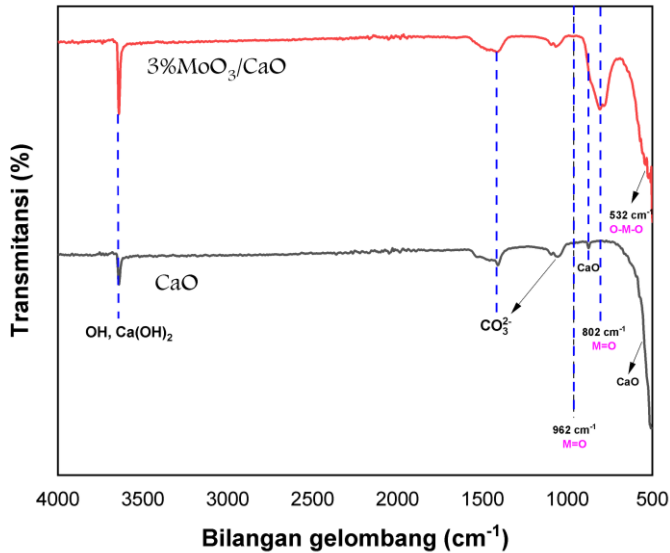
## **B. Karakterisasi katalis**

### **1. Analisa FTIR**

Pada spektrum FTIR dari kalsinasi cangkang telur bebek dan 3% $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  ditunjukkan pada Gambar 4.2. Karakteristik spektrum kalsinasi cangkang telur bebek (garis hitam) terlihat lima puncak pada bilangan gelombang 3641  $\text{cm}^{-1}$ , 1409  $\text{cm}^{-1}$ , 1067  $\text{cm}^{-1}$ , 874  $\text{cm}^{-1}$ , dan 509  $\text{cm}^{-1}$ . Terdapat pita serapan kecil vibrasi dari gugus hidroksil  $\nu_1(\text{-OH})$  pada 3641  $\text{cm}^{-1}$  dalam  $\text{Ca(OH)}_2$  karena  $\text{CaO}$  dapat menyerap air pada udara terbuka

(Kerru et al., 2020; Roschat et al., 2016). Transformasi pembentukan  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  terlihat pada vibrasi simetri ikatan  $\nu_2(\text{C-O})$  senyawa ion karbonat  $\nu_3(\text{CO}_3^{2-})$  dengan intensitas kecil pada  $1409\text{ cm}^{-1}$ ,  $1067\text{ cm}^{-1}$ , dan  $874\text{ cm}^{-1}$  (Awogbemi et al., 2020; Maneerung et al., 2016; Mulyatun et al., 2023). Hasil kalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 4 jam mengkonfirmasi dekomposisi dari  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  terlihat adanya ikatan C-O dari ion karbonat  $\nu_3(\text{CO}_3^{2-})$  dan terbentuknya vibrasi ulur ikatan vibrasi  $\nu_4(\text{Ca-O})$  pada rentang bilangan gelombang  $500\text{-}580\text{ cm}^{-1}$  (Syah et al., 2017; Tangboriboon & Suttiaprapar, 2016). Spektrum  $\text{MoO}_3$  terdapat pita vibrasi pada daerah sidik jari pada rentang  $1000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  (Yu et al., 2016). Hasil spektrum dari  $3\%\text{MoO}_3/\text{CaO}$  (garis merah) terdapat puncak dengan intensitas rendah pada bilangan gelombang  $962\text{ cm}^{-1}$ ,  $808\text{ cm}^{-1}$  dan  $532\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya  $\text{MoO}_3$  dari ikatan asimetri vibrasi terminal  $\nu_3(\text{M=O})$  pada bilangan gelombang  $962\text{ cm}^{-1}$  dan  $808\text{ cm}^{-1}$ . Serapan ikatan vibrasi dari  $\nu_5(\text{O-Mo-O})$  merujuk pada molekul molibdenum oksida pada bilangan gelombang  $808\text{ cm}^{-1}$  dan  $532\text{ cm}^{-1}$  (Bouzidi et al., 2016; Sian & Reddy, 2004). Menurut Gonçalves et al., (2021) melaporkan puncak karakteristik serapan dari  $\text{MoO}_3$  pada

bilangan gelombang 977  $\text{cm}^{-1}$  dan 812  $\text{cm}^{-1}$ , dan 536  $\text{cm}^{-1}$  dalam bentuk molibdenum ( $\text{M}=\text{O}$ ) dan molibdenum oksida ( $\text{O}-\text{Mo}-\text{O}$ ). Hasil lebih lanjut keberadaan adanya molibdenum oksida dapat dilihat pada karakterisasi XRD.



**Gambar 4.2** Spektrum FTIR CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

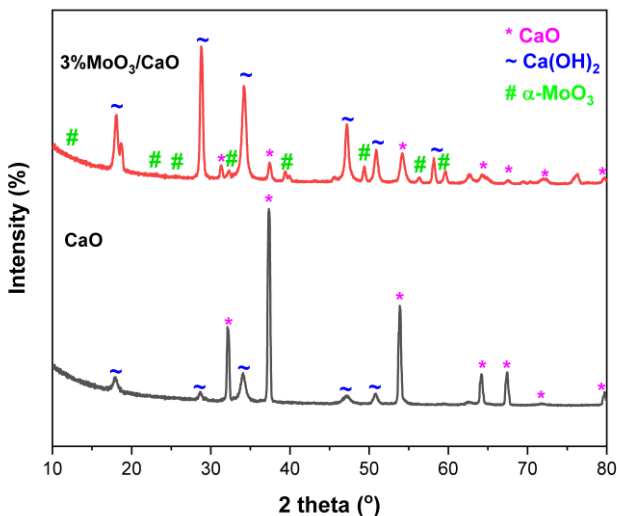
## 2. Analisa XRD

Analisa XRD menggunakan sinar radiasi Cu  $\alpha$  pada sudut  $2\theta=10^{\circ}-80^{\circ}$  pada panjang gelombang 1,54060 Å. Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 4.3 dari kalsinasi cangkang telur bebek pada suhu 900°C selama 4 jam (garis hitam) terdapat puncak diffraktogram dari fasa CaO kubik (JCPDS no 00-043-1001) pada sudut  $2\theta =$

32,0°; 37,34°; 53,9°; 64,14° dan 67,36° (Gonzaga et al., 2021; Ezzah-mahmudah et al., 2016; Kumar & Ali, 2014; Tangboriboon et al., 2012; Tangboriboon & Suttiaprapar, 2016) tidak terdapat fasa  $\text{CaCO}_3$  calcite pada sudut  $2\theta = 29,5^\circ$  membuktikan konversi fasa  $\text{CaCO}_3$  hampir sepenuhnya menjadi fasa  $\text{CaO}$  (Syah et al., 2017). Walaupun Begitu, terdapat puncak dari fasa  $\text{CaO}$  dalam fasa  $\text{Ca(OH)}_2$  heksagonal (JCPDS no 00-044-1481) pada sudut  $2\theta = 18,0^\circ$ ,  $28,8^\circ$  dan  $34,34^\circ$  karena fasa  $\text{CaO}$  dapat menyerap air pada udara terbuka (Ezzah-mahmudah et al., 2016; Kerru et al., 2020; Roschat et al., 2016).

Pada pola difraktogram dari katalis 3% $\text{MoO}_3/\text{CaO}$  (garis merah) menggunakan metode impregnasi sedikit muncul puncak molibdenum oksida dengan intensitas rendah dalam fasa  $\alpha\text{-MoO}_3$  ortorombik (JCPDS no 00-005-0508) pada sudut  $2\theta = 12,8^\circ$ ;  $23,3^\circ$ ;  $25,7^\circ$   $34,0^\circ$ ;  $39,3^\circ$ ;  $49,41^\circ$  dan  $58,2^\circ$  (Bhojanaa et al., 2020; Oloye, 2020). Secara termodinamika fasa ortorombik lebih stabil dibandingkan fasa lainnya yang bersifat metasabil (Hu et al., 2015). Rendahnya loading jumlah  $\text{MoO}_3$  yang ditambahkan kedalam support, secara keseluruhan puncak hampir tidak terlihat  $\alpha\text{-MoO}_3$  ortorombik maupun  $h\text{-MoO}_3$  heksagonal. Data dari XRD mendukung dari

data FTIR katalis heterogen bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO menunjukkan adanya sedikit fasa MoO<sub>3</sub> yang terdispersi secara merata dengan intensitas rendah pada permukaan katalis CaO.

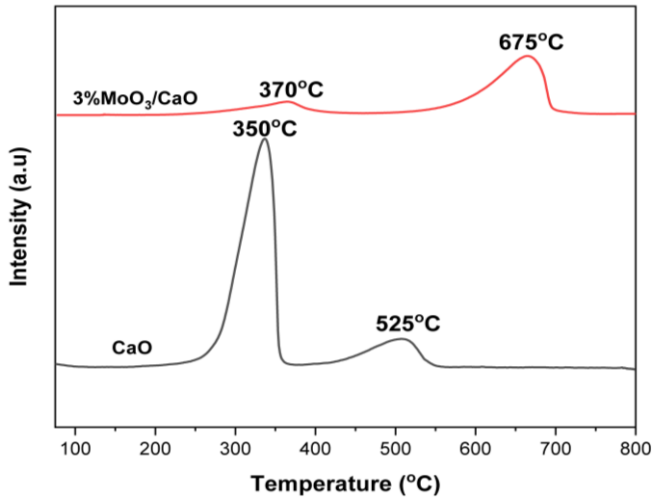


**Gambar 4.3** XRD dari CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

### 3. Analisa TPD-CO<sub>2</sub> dan TPD-NH<sub>3</sub>

Analisa TPD (*Temperature Programmed Desorption*) CO<sub>2</sub> dan NH<sub>3</sub> memiliki prinsip semakin tinggi suhu desorpsi maka kekuatan situs kebasaaan dan keasamaan pada katalis semakin lebih kuat (Mansir et al., 2017; H. Sun et al., 2010). Menurut Qin et al., (2016) puncak desorpsi CO<sub>2</sub> atau NH<sub>3</sub> pada suhu dibawah 200°C

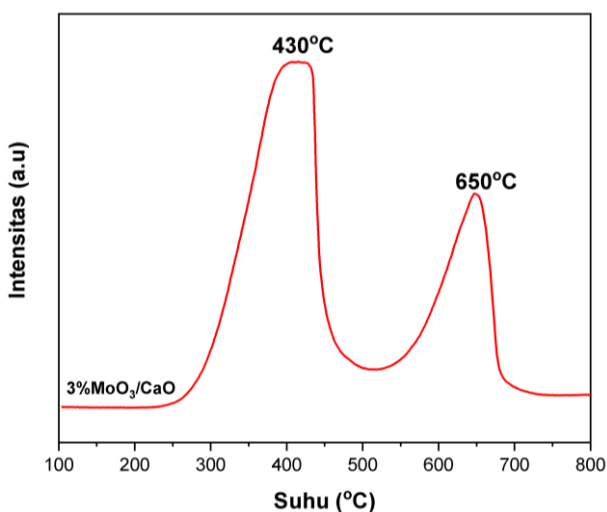
menunjukkan kekuatan situs asam atau basa lemah, suhu desorpsi antara 300°C-500°C dengan situs moderat (sedang) dan pada suhu desorpsi yang tinggi diatas 500 °C dengan kekuatan situs asam atau basa kuat. Pada hasil TPD-CO<sub>2</sub> dari CaO hasil kalsinasi cangkang telur bebek pada suhu 900°C selama 4 jam (Gambar 4.4) mempunyai dua puncak desorpsi CO<sub>2</sub> pada suhu maksimum 350°C dan 525°C yang menunjukkan kekuatan situs basa sedang dan situs basa kuat. Munculnya situs basa kuat pada suhu desorpsi tinggi menunjukkan adanya interaksi yang cukup kuat antara kation Ca<sup>2+</sup> dan anion O<sup>2-</sup> pada permukaan katalis CaO. Pada katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO disintesis dengan metode impregnasi dikalsinasi pada suhu 600°C selama 4 jam menghasilkan dua puncak desorpsi CO<sub>2</sub> pada suhu maksimum 370 °C dan 675°C dengan kekuatan basa sedang-kuat.



**Gambar 4.4** TPD-CO<sub>2</sub> dari CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

Berdasarkan hasil TPD-NH<sub>3</sub> dari katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO (Gambar 4.5) mempunyai dua puncak desorpsi NH<sub>3</sub> pada suhu maksimum 430°C dan 650°C dengan karakteristik situs asam sedang-kuat (Mansir et al., 2017) dengan total keasaman sebesar 5,2823 mmol/g NH<sub>3</sub>. Hasil serupa memiliki kemiripan pada nilai total kesaamaan dan kebasaan dengan metode impregnasi basah dilaporkan oleh Gonzaga et al., (2021) katalis bifungsional Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO dan Mansir et al., (2017) katalis bifungsional W<sub>0,6</sub>-Mo<sub>0,4</sub>/CaO. Penambahan 3%MoO<sub>3</sub> berhasil memodifikasi pada permukaan katalis CaO menjadi katalis heterogen bifungsional asam-basa.

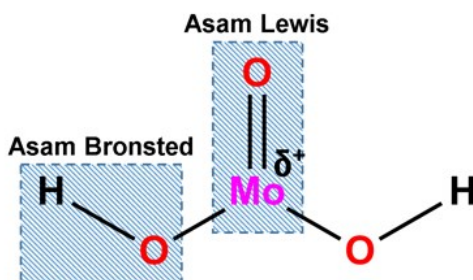
Adanya situs asam dan basa kuat dari katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO berperan penting dalam melakukan reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi pada produksi biodiesel dari minyak jelantah dengan kadar FFA yang tinggi (Mulyatun et al., 2023).



**Gambar 4.5** TPD-NH<sub>3</sub> katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

Logam transisi ion Mo<sup>+6</sup>=O bertindak sebagai situs asam lewis menerima elektron berperan dalam reaksi esterifikasi dan Mo<sup>+6</sup>-O-H sebagai situs asam bronsted mendonorkan elektron berperan dalam reaksi transesterifikasi (Mansir et al., 2017; Navajas et al., 2020) dapat dilihat pada Gambar 4.6 Ilustrasi situs asam bronsted dan lewis pada MoO<sub>3</sub>. Situs asam bronsted pada

MoO<sub>3</sub> dapat membantu laju reaksi transesterifikasi pada trigliserida dan meningkatkan konversi FFA.



**Gambar 4.6** Situs asam bronsted dan lewis pada MoO<sub>3</sub>

Penurunan kebasaan katalis CaO sebesar 3,0028 mmol/g menjadi 1,0038 mmol/g hasil modifikasi pada 3%MoO<sub>3</sub>/CaO diakibatkan adanya penambahan MoO<sub>3</sub> menyebabkan situs asam lewis dan bronsted menjadi sangat aktif (Navajas et al., 2020). Penurunan kebasaan juga dilaporkan oleh Ezzah-mahmudah et al., (2016) melaporkan penurunan kebasaan pada katalis heterogen bifungsional 7%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO. Sebagai perbandingan, peneliti sebelumnya melaporkan total kebasaan dan keasamaan hasil modifikasi pada permukaan katalis CaO yang terimpregnasi dengan logam oksida asam menjadi katalis heterogen bifungsional seperti 7%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO (Ezzah-mahmudah et al., 2016), W<sub>0,6</sub>-Mo<sub>0,4</sub>/CaO (Mansir

et al., 2017), dan 5%V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/CaO (Mulyatun et al., 2024) ditunjukkan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Karakteristik total kebasaaan dan keasamaan katalis heterogen CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

| Katalis                                  | Metode sintesis    | <sup>a</sup> Keasaman (mmol/g) | <sup>b</sup> Kebasaan (mmol/g) | Referensi                                    |
|------------------------------------------|--------------------|--------------------------------|--------------------------------|----------------------------------------------|
| CaO                                      | dekomposisi termal | -                              | 3,0028                         | Hasil sintesis                               |
| 3%MoO <sub>3</sub> /CaO                  | impregnasi         | 5,2823                         | 1,0038                         | Hasil sintesis (Ezzah-mahmudah et al., 2016) |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /CaO      | impregnasi         | 4,93                           | 4,69                           |                                              |
| W <sub>0,6</sub> -Mo <sub>0,4</sub> /CaO | impregnasi         | 3,738                          | 1,365                          | (Mansir et al., 2017)                        |
| 5%V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /CaO     | impregnasi         | 2,7461                         | 3,4133                         | (Mulyatun et al., 2024)                      |

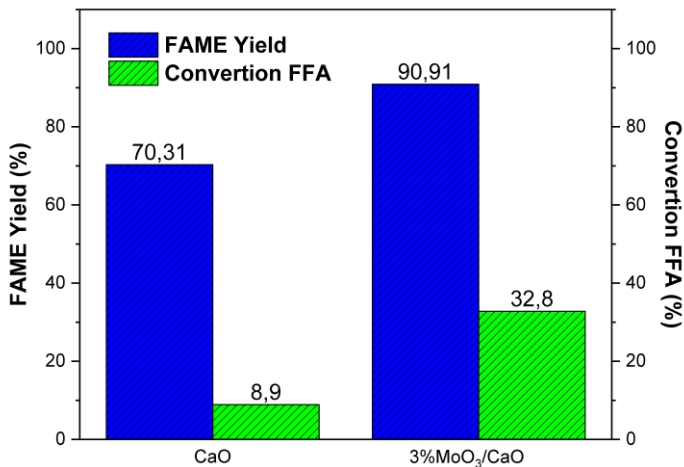
<sup>a</sup>Analisis kekuatan keasamaan menggunakan TPD-NH<sub>3</sub> (mmol/g NH<sub>3</sub>)

<sup>b</sup>Analisis kekuatan kebasaaan menggunakan TPD-CO<sub>2</sub> (mmol/g CO<sub>2</sub>)

### C. Aktivitas Katalitik CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

Aktivitas katalitik katalis heterogen CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dalam aplikasi produksi biodisel dari minyak jelantah menggunakan metanol (rasio mol minyak/metanol 1:6) pada kondisi reaksi semua sama yaitu suhu ±65°C selama 2 jam, dan jumlah katalis 1% (0,45 g). Setelah proses sintesis biodiesel ditambahkan larutan HCl 2M untuk melarutkan katalis agar memudahkan pemisahan biodiesel, sehingga membentuk CaCl<sub>2</sub> dan mengikat H<sub>2</sub>O. Pada penambahan

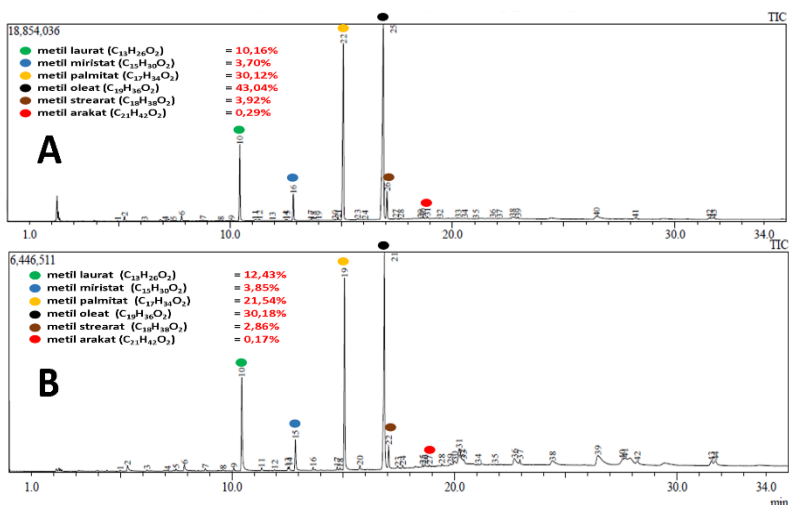
pelarut n-heksana ( $C_6H_{14}$ ) bertujuan untuk melarutkan sisa-sisa asam lemak yang tidak tidak sepenuhnya terbentuk metil ester antara minyak jelantah dengan metanol (Mohadesi et al., 2019). Hasil sintesis biodiesel menggunakan katalis heterogen CaO dan bifungsional  $3\%MoO_3/CaO$  dapat dilihat pada Gambar 4.7 jumlah FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) yield (%) yang terbentuk dikatalis  $3\%MoO_3/CaO$  sebesar 90,91% memiliki performa lebih baik dibandingkan katalis CaO 70,31%. Hal ini disebabkan adanya sisi asam ( $MoO_3$ ) yang dapat meningkatkan pembentukan asam lemak bebas menjadi FAME pada jalur esterifikasi. Katalis CaO kurang efektif dalam mengubah trigliserida menjadi FAME dengan kadar FFA yang tinggi (Gonzaga et al., 2021; Mulyatun et al., 2023). Katalis  $3\%MoO_3/CaO$  (32,8%) mampu menghasilkan konversi FFA 4x lipat lebih baik dibandingkan katalis CaO (8,9%) menggunakan minyak jelantah sebagai bahan baku produksi biodiesel. Hasil ini dihubungkan dengan kekuatan situs asam dan basa dari hasil analisis TPD, katalis  $3\%MoO_3/CaO$  mempunyai situs asam sedang-kuat dan basa kuat. Menurut Mansir et al., (2017) melaporkan semakin kuat kekuatan situs asam-basa, maka jumlah FAME yang dihasilkan semakin tinggi.



**Gambar 4.7** FAME yield dan konversi FFA hasil sintesis biodiesel

Analisis GC-MS pada Gambar 4.8 kromatogram biodiesel menggunakan katalis CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO menghasilkan komponen metil ester biodiesel seperti metil cis-9-oktadekenoat (metil oleat, C<sub>19</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>) sebagai komponen utama, metil heksadekanoat (metil palmitat, C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>), metil dodekanoat (metil laurat, C<sub>13</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>), metil oktadekanoat (metil stearat, C<sub>19</sub>H<sub>38</sub>O<sub>2</sub>), metil tetradekanoat (metil miristat, C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>), dan sedikit mengandung metil arakat (C<sub>21</sub>H<sub>42</sub>O<sub>2</sub>). Komposisi biodiesel dari minyak jelantah dilaporkan oleh Velmurugan & Warriar, (2022) & Farooq et al., (2013) menggunakan katalis nanokomposit MgO-SnO<sub>2</sub>

dan bifungsional Mo-Mn/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-15 wt% MgO didominasi komponen metil oleat dan metil palmitat.



**Gambar 4.8** GC-MS biodiesel dari minyak jelantah dikatalisis (a) 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dan (b) CaO

Katalis heterogen bifungsional MoO<sub>3</sub>/CaO sebelumnya tidak ada laporan penelitian spesifik untuk reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi biodiesel dari minyak jelantah, aktivitas katalitik dari MoO<sub>3</sub>/CaO dibandingkan dengan penelitian yang serupa seperti W<sub>0,6</sub>-Mo<sub>0,4</sub>/CaO (Mansir et al., 2017) pada kondisi suhu reaksi 70°C, 2wt%, 2 jam, rasio mol metanol/minyak 15:1 menghasilkan FAME Yield sebesar 96,2% dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO pada kondisi suhu reaksi 65°C, 1wt%, 3 jam, rasio mol metanol/minyak 15:1 menghasilkan FAME Yield sebesar 90% (Ezzah-mahmudah et al., 2016)

menggunakan bahan baku minyak jelantah dengan kadar FFA yang tinggi menunjukkan hasil performa FAME Yield cukup bagus menggunakan metode impregnasi (Tabel 4.2).

**Tabel 4.2** Perbandingan performa biodiesel menggunakan katalis heterogen

| <b>katalis</b>                           | <b>metode sintesis</b> | <b>bahan baku (FFA%)</b>  | <b>kondisi reaksi</b>   | <b>FAME Yield (%)</b> | <b>referensi</b>              |
|------------------------------------------|------------------------|---------------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------------|
| CaO                                      | dekomposisi termal     | minyak Jelantah (FFA 7,4) | 65°C, 1wt%, 2 jam, 6:1  | 70,31                 | Hasil sintesis                |
| 3%MoO <sub>3</sub> /CaO                  | impregnasi             | minyak jelantah (FFA 7,4) | 65°C, 1wt%, 2 jam, 6:1  | 90,91                 | Hasil sintesis                |
| W <sub>0,6</sub> -Mo <sub>0,4</sub> /CaO | impregnasi             | Minyak jelantah (FFA 5,5) | 70°C, 2wt%, 2 jam, 15:1 | 96,2                  | (Mansir et al., 2017)         |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /CaO      | impregnasi             | minyak goreng (FFA 18,4)  | 65°C, 1wt%, 3 jam, 15:1 | 90                    | (Ezzah-mahmudah et al., 2016) |

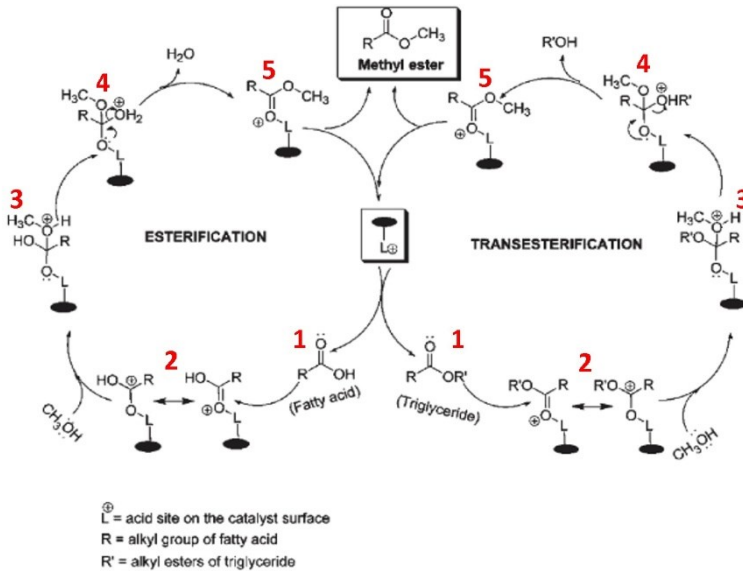
Parameter biodiesel dari minyak jelantah yang diuji yaitu densitas (40°C), bilangan asam, dan metil ester ditunjukkan pada Tabel 4.3 katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO (B1) sebesar 0,887 g/mL dan CaO (B2) sebesar 0,862 g/mL. Pada hasil uji densitas telah memenuhi mutu persyaratan SNI 7182:2015

pada rentang 0,850-0,890 g/mL. Parameter densitas biodiesel yang tinggi mempengaruhi kualitas pembakaran, tekanan injeksi, emisi gas, dan energi yang lebih rendah dibandingkan bahan bakar diesel (Alptekin & Canakci, 2008). Bilangan asam hasil sintesis biodiesel menunjukkan masih tingginya asam lemak bebas dapat mengganggu stabilitas proses reaksi antara trigliserida dan metanol menjadi FAME. Adapun dapat diamati penambahan katalis padat asam ( $\text{MoO}_3$ ) pada jalur esterifikasi mengalami penurunan bilangan asam jauh lebih baik dari 14,59 menjadi 10,0 mg.KOH/g, namun aktivitas katalitik yang tinggi masih belum memenuhi syarat mutu.

**Tabel 4.3** Karakteristik biodiesel dari minyak jelantah

| <b>Paramater</b> | <b>SNI</b>       | <b>B1</b> | <b>B2</b> | <b>satuan</b> |
|------------------|------------------|-----------|-----------|---------------|
|                  | <b>7182:2015</b> |           |           |               |
| densitas 40°C    | 0,850-0,890      | 0,887     | 0,862     | g/mL          |
| bilangan asam    | maks 0,5         | 10,0      | 13,46     | mg.KOH/g      |

Mekanisme reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi menggunakan katalis heterogen bifungsional asam-basa dijelaskan pada Gambar 4.7 Kulkarni et al., (2006) sebagai berikut:



**Gambar 4.9** mekanisme reaksi simultan esterifikasi-transesterifikasi (Kulkarni et al., 2006)

Pada tahap pertama, asam lemak ( $\text{R-COOH}$ ) pada jalur esterifikasi dan monogliserida ( $\text{R-COOR'}$ ) jalur transesterifikasi (representasi dari molekul trigliserida). Tahap kedua, proses esterifikasi yang terjadi dengan mengadsorpsi asam lemak dengan situs asam ( $\text{MoO}_3$ ) pada permukaan katalis dan transesterifikasi menggunakan katalis  $\text{CaO}$ . Interaksi yang terjadi pada asam lemak dan monogliserida (representasi dari molekul trigliserida) pembentukan gugus karbonil karbokation. Tahap ketiga, nukleofilik dari metanol menyerang gugus karbonil ( $\text{C=O}$ )

membentuk struktur tetrahedral. Tahap keempat dan lima, proses esterifikasi struktur tetrahedral menghilangkan satu mol air untuk membentuk molekul metil ester ( $R-COOCH_3$ ), sedangkan transesterifikasi secara bertahap dari trigliserida dan digliserida menghasilkan metil ester dan gliserol sebagai produk samping. Pada reaksi simultan esterifikasi dan transesterifikasi sama-sama menghasilkan produk akhir yaitu metil ester (Kulkarni et al., 2006).

## **BAB V**

### **SIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Simpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Karakteristik katalis heterogen CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dengan fasa CaO dan Ca(OH)<sub>2</sub> diperkuat dari data FTIR dan XRD. Modifikasi katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dari hasil XRD terlihat puncak baru dengan intensitas rendah yang menunjukkan adanya fasa ortorombik dari MoO<sub>3</sub>. Hasil TPD-CO<sub>2</sub> katalis CaO dengan kekuatan basa sedang-kuat berhasil dimodifikasi menjadi katalis bifungsional 3%MoO<sub>3</sub>/CaO dengan karakteristik situs asam sedang-kuat dan basa kuat.
2. Hasil GC-MS menunjukkan komponen metil ester didominasi metil oleat, metil palmitat, dan metil laurat. Aktivitas katalitik katalis CaO dan 3%MoO<sub>3</sub>/CaO berhasil meningkatkan jumlah FAME yield (%) dari 70,31% menjadi 90,91%. Konversi FFA dari 3%MoO<sub>3</sub>/CaO mampu menurunkan FFA sebesar 32,8% lebih baik dibandingkan katalis CaO hanya mampu menurunkan FFA sebesar 8,9%. Hasil ini dikaitkan

dengan distribusi situs basa kuat yang melimpah dan kontribusi situs asam kuat yang dapat meningkatkan efisiensi proses reaksi simultan. Parameter biodiesel densitas (40°C) telah memenuhi syarat mutu SNI 7182:2015, akan tetapi parameter bilangan asam belum memenuhi baku mutu.

## **B. Saran**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, biodiesel dari minyak jelantah dengan kadar FFA tinggi berhasil disintesis menggunakan katalis CaO dari cangkang telur bebek dan MoO<sub>3</sub>/CaO (loading MoO<sub>3</sub> = 3%wt) akan tetapi, masih ada beberapa hasil yang harus dilakukan pada penelitian selanjutnya agar mendapatkan hasil maksimal, yaitu :

1. Perlu dilakukan studi variasi loading MoO<sub>3</sub> (5-50%wt) pada CaO agar mendapatkan hasil konversi FFA (%) dan FAME yield (%) yang tinggi pada reaksi simultan esterifikasi/transesterifikasi.
2. Perlu dilakukan studi variasi suhu kalsinasi pada suhu 500-900°C untuk mengetahui karakteristik fasa MoO<sub>3</sub>.

3. Perlu ditambahkan variasi rasio mol minyak/metanol, jumlah katalis, dan suhu untuk melihat pengaruhnya terhadap hasil sintesis.
4. Perlu ditambahkan karakterisasi BET meliputi luas area, ukuran pori-pori, dan ukuran volume sebelum dan sesudah sintesis.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, R. (2015). Effect of Temperature in Calcination Process of Seashells. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, February, 3–9.
- Ahmed, R., & Huddersman, K. (2022). Review of biodiesel production by the esterification of wastewater containing fats oils and grease (FOGs). *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 110, 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2022.02.045>
- Almeida, R. M. De, Souza, F. T. C., Júnior, M. A. C., Albuquerque, N. J. A., Meneghetti, S. M. P., & Meneghetti, M. R. (2014). Improvements in acidity for TiO<sub>2</sub> and SnO<sub>2</sub> via impregnation with MoO<sub>3</sub> for the esterification of fatty acids. *Catalysis Communications*, 46, 179–182. <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2013.12.020>
- Alptekin, E., & Canakci, M. (2008). Determination of the density and the viscosities of biodiesel–diesel fuel blends. *Renewable Energy*, 33, 2623–2630. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2008.02.020>
- Ameh, C. U., & Eterigho, E. J. (2022). *CaO-Based Heterogeneous Catalyst from Cow Bone for Direct Cracking of Triglycerides*. 7, 1299–1311. <https://doi.org/10.1002/ceat.202100138>
- Awogbemi, O., Inambao, F., & Onuh, E. I. (2020). Heliyon Modi fication and characterization of chicken eggshell for possible catalytic applications. *Heliyon*, 6(September), e05283. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e05283>

- Awogbemi, O., Kallon, D. V. Von, Aigbodion, V. S., & Panda, S. (2021). Advances in biotechnological applications of waste cooking oil. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 4, 100158. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2021.100158>
- Ayodeji, A. A., Modupe, O. E., Rasheed, B., & Ayodele, J. M. (2018). Data on CaO and eggshell catalysts used for biodiesel production. *Data in Brief*, 19, 1466–1473. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2018.06.028>
- Azyan, N., Adila, F., Sulaiman, S., & Jamal, P. (2018). Thermally Produced Nano Catalyst for Biodiesel Production: A Review Akademia Baru. *Journal of Advanced Research In Fluid Mechanics and Thermal Sciences*, 2(2), 139–147.
- Badan Standar Nasional. (2015). *SNI\_7182\_2015*.
- Balamurugan, S., Gokul, C., Dheen, S. A. T., Eashwar, S. J., & Kumar, N. A. (2020). Application of grey relational analysis in biodiesel production from linseed oil using novel eggshell catalyst. *Materials Today: Proceedings*. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.255>
- Bankovi, I. B., Miladinovi, M. R., Stamenkovi, O. S., & Veljkovi, V. B. (2017). Application of nano CaO– based catalysts in biodiesel synthesis. 72(January), 746–760. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.01.076>
- Barbosa, C., Serra, T. M., Meneghetti, S. M. P., & Meneghetti, M. R. (2010). Biodiesel production by ethanolysis of mixed castor and soybean oils. *Fuel*, 89(12), 3791–3794. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2010.07.016>

- Bhojanaa, K. B., Santhosh, S. K. N., Senthil, P. V. M., & Ramasamy, P. P. (2020). Enhanced electrochemical and photovoltaic performance for-MoO<sub>3</sub> nanorods at different calcination temperature based counter electrode in Pt-free dye-sensitized solar cells applications. *SN Applied Sciences*, 2(10), 1–9. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03555-8>
- Bouzidi, C., Horchani-naifer, K., Khadraoui, Z., & Elhouichet, H. (2016). Synthesis , characterization and DFT calculations of electronic and optical properties of CaMoO<sub>4</sub> Synthesis, characterization and DFT calculations of electronic and optical properties of CaMoO<sub>4</sub>. *Physica B: Physics of Condensed Matter*, 497(September), 34–38. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2016.06.009>
- Buasri, A., Chaikut, N., Loryuenyong, V., Wongweang, C., & Khamsrisuk, S. (2013). *Application of Eggshell Wastes as a Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production*. February 2023. <https://doi.org/10.12691/rse-1-2-1>
- Bunaciu, A. A., & S, E. G. U. (2015). X-Ray Diffraction : Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45, 289–299. <https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616>
- Chavan, S. B., Kumbhar, R. R., & Sharma, Y. C. (2014). Transesterification of Citrullus colocynthis (Thumba) oil : Optimization for biodiesel production. 5(3), 10–20.
- Chen, Z. W., Gibson, W. M., & Huang, H. (2008). High Definition X-Ray Fluorescence: Principles and

- Techniques. *X-Ray Optics and Instrumentation*, 1–10.  
<https://doi.org/10.1155/2008/318171>
- Chester, A. W., & Derouane, E. G. (2001). *Zeolite Characterization and Catalysis*.
- Christie, W. W. (2012). STRUCTURAL ANALYSIS OF FATTY ACIDS. In *Advances in lipid methodology: Volume 4*. Woodhead Publishing Limited.  
<https://doi.org/10.1533/9780857097996.119>
- Deki, S., Béléké, A. B., Kotani, Y., & Mizuhata, M. (2009). Liquid phase deposition synthesis of hexagonal molybdenum trioxide thin films. *Journal of Solid State Chemistry*, 182(9), 2362–2367.  
<https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.06.033>
- Demirbas, A. (2009). Characterization of biodiesel fuels. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, 31(11), 889–896.  
<https://doi.org/10.1080/15567030801904202>
- Demmin, R. ., & Gorte, R. . (1984). Design Parameters for Temperature-Programmed Desorption from a Packed Bed. *Journal of Catalyst*, 90(1), 32–39.  
[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/00219517\(84\)90081-2](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/00219517(84)90081-2)
- Dewi, D. K., Putri, V. M., Febriyanti, V., & Yudha, C. S. (2023). Calcination of Various Eggshell Wastes into CaO Heterogeneous Catalysts. *Equilibrium Journal of Chemical Engineering*, 7(1), 87.  
<https://doi.org/10.20961/equilibrium.v7i1.74484>
- Diasakou, M., Louloudi, A., & Papayannakos, N. (1998).

- Kinetics of the non-catalytic transesterification of soybean oil. *Fuel*, 77(12), 1297–1302. [https://doi.org/10.1016/S0016-2361\(98\)00025-8](https://doi.org/10.1016/S0016-2361(98)00025-8)
- Dixon, D. J. (2016). Bifunctional catalysis. *Journal of Organic Chemistry*, 12(April), 1079–1080. <https://doi.org/10.3762/bjoc.12.102>
- Duarte, F. A., Mello, P. D. A., Bizzi, C. A., Nunes, M. A. G., Moreira, E. M., Alencar, M. S., Motta, H. N., Dressler, V. L., & Flores, É. M. M. (2011). Sulfur removal from hydrotreated petroleum fractions using ultrasound-assisted oxidative desulfurization process. *Fuel*, 90, 2158–2164. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.01.030>
- Elias, S., Rabiú, A. M., Okeleye, B. I., Okudoh, V., & Oyekola, O. (2020). Bifunctional Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production from Waste Vegetable Oil. *Applied Sciences*, 10(9), 3153. <https://doi.org/10.3390/app10093153>
- Enguilo Gonzaga, V., Romero, R., Gómez-Espinosa, R. M., Romero, A., Martínez, S. L., & Natividad, R. (2021). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Catalyzed by a Bifunctional Catalyst. *ACS Omega*, 6(37), 24092–24105. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c03586>
- Epp, J. (2016). X-ray diffraction techniques for materials characterization. In *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-1000403.00004-3>
- Ermrich, M. (2011). X-ray Powder Diffraction XRD vor the

analys.

ESDM, K. (2020). Statistik Minyak dan Gas Bumi Oil and Gas Statistics.

Ezzah-mahmudah, S., Lokman, I. M., Izham, M., & Taufiq-yap, Y. H. (2016). Synthesis and characterization of  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$  derived from Anadara Granosa for methyl ester production. *Energy Conversion and Management*, 126, 124–131. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.07.072>

Fangrui Ma, & Hanna, M. A. (1999). Biodiesel production : a review *I. 70*, 1–15. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(99\)00025-5](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00025-5)

Farooq, M., & Ramli, A. (2015). Effect of different Metal Oxides on the Catalytic Activity of  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  Supported Bifunctional Heterogeneous Catalyst in Biodiesel Production from WCO. *Royal Society of Chemistry*. <https://doi.org/10.1039/C5RA18146A>

Farooq, M., Ramli, A., & Subbarao, D. (2013). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil using Bifunctional Heterogeneous Solid Catalysts. *Journal of Cleaner Production*. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.06.015>

Felipe, J., Oliveira, G., Larissa, I., Alves, R. M., Rodrigues, M. L., Eurico, A., Torres, B., Narciso, F. A., Cavalcante, C. L., José, E., & Jr, S. P. (2010). Biodiesel production from waste coconut oil by esterification with ethanol : The effect of water removal by adsorption. *Renewable Energy*, 35(11), 2581–2584. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2010.03.035>

- Ferreira, B., Aurélio, M., Garcia, S., Claudio, J., Costa, S., Verônica, C., Moura, R. De, Chaves, W., Abreu, D., Miranda, E., & Moura, D. (2019). effect of calcination temperature on the application of molybdenum trioxide acid catalyst: Screening of substrates for biodiesel production. *Fuel*, 239(April 2018), 290–296. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.11.025>
- Feste, P. D., Crisci, M., Barbon, F., Tajoli, F., Salerno, M., Drago, F., Prato, M., Gross, S., Gatti, T., & Lamberti, F. (2021). applied sciences Work Function Tuning in Hydrothermally Synthesized Vanadium-Doped MoO<sub>3</sub> and Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Mesosstructures for Energy Conversion Devices. *Appl.Sci*, 11(5). <https://doi.org/10.3390/app11052016>
- Figueiredo, J. S. B., Alves, B. T. S., Freire, V. A., Alves, J. J. N., & Barbosa, B. V. S. (2022a). Preparation , characterization and evaluation of xMoO<sub>3</sub>/Al-SBA-15 catalysts for biodiesel production. *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, 11(1), 17–31. <https://doi.org/10.1007/s40243-021-00204-x>
- Gonçalves, M. A., Karine, E., Mares, L., & Zamian, R. (2021). Statistical optimization of biodiesel production from waste cooking oil using magnetic acid heterogeneous catalyst MoO<sub>3</sub>/SrFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. *Fuel*, 304(November), 121463. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.121463>
- Gonzaga, E. V., Romero, R., Gómez-Espinosa, R. M., Romero, A., Martínez, S. L., & Natividad, R. (2021). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Catalyzed by a Bifunctional Catalyst. *ACS Omega*,

6(37), 24092–24105.  
<https://doi.org/10.1021/acsomega.1c03586>

Hanafi, Z. M., Khilla, M. A., & Askar, M. H. (1981). Thermal Decomposition of ammonium heptamolybdate. *Thermochimion Acta*. 45, 221–232.  
[https://doi.org/10.1016/0040-6031\(81\)85083-6](https://doi.org/10.1016/0040-6031(81)85083-6)

Haryono, H. (2023). Synthesis and Characterization of Calcium Oxide Impregnated on Silica from Duck Egg Shells and Rice Husks as Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Synthesis. *Baghdad Sciences*. 20.  
<https://doi.org/10.21123/bsj.2023.7895>

Hashmi, S., Gohar, S., Mahmood, T., Nawaz, U., & Farooqi, H. (2016). Biodiesel Production by using  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$  Nano Catalyst. 3, 43–49.

Hu, H., Deng, C., Xu, J., Zhang, K., & Sun, M. (2015). Metastable  $h\text{-MoO}_3$  and stable  $\alpha\text{-MoO}_3$  microstructures: controllable synthesis, growth mechanism and their enhanced photocatalytic activity. *Journal of Experimental Nanoscience*, 10(17), 1336–1346. <https://doi.org/10.1080/17458080.2015.1012654>

Hurst, K. E., Heben, M. J., Blackburn, J. L., Gennett, T., Dillon, A. C., & Parilla, P. A. (2013). A dynamic calibration technique for temperature programmed desorption spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*, 84(2), 0–9.  
<https://doi.org/10.1063/1.4770115>

Hussain, S. Z., & Maqbool, K. (2014). GC-MS : Principle , Technique and its application in Food Science. 13, 116–126.

- Hyatt, E. P., Cutler, I. B., & Wadsworth, M. E. (1955). *Carbon Dioxide Atmosphere*. 61(1943), 70–74.
- Ibrahim, S. M., & Mustafa, A. (2022). Synthesis and characterization of new bifunctional SnZrSi oxide catalysts for biodiesel production. *Journal of Molecular Liquids*, 354, 118811. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.118811>
- Ishii, T., Kashihara, S., Hoshikawa, Y., & Ozaki, J. (2014). A quantitative analysis of carbon edge sites and an estimation of graphene sheet size in high-temperature treated, non-porous carbons. *Carbon*, 80, 135–145. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2014.08.048>
- Ishii, T., & Kyotani, T. (2016). Temperature Programmed Desorption. In *Materials Science and Engineering of Carbon*. Tsinghua University Press Limited. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-805256-3.00014-3>
- Issariyakul, T., Kulkarni, M. G., Dalai, A. K., & Bakhshi, N. N. (2007). Production of biodiesel from waste fryer grease using mixed methanol/ethanol system. 88, 429–436. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2006.04.007>
- Kaur, N., & Ali, A. (2015). Biodiesel production via ethanolysis of jatropha oil solid catalyst. *RSC Advances*, 5, 13285–13295. <https://doi.org/10.1039/C4RA14786C>
- Kawashima, A., Matsubara, K., & Honda, K. (2008). Development of heterogeneous base catalysts for biodiesel production. 99, 3439–3443. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.08.009>
- Kerru, N., Gummidi, L., & Bhaskaruni, S. V. H. S. (2020).

One-pot green synthesis of novel 5,10-dihydro-1H-pyrazolo[1,2-b]phthalazine derivatives with eco-friendly biodegradable eggshell powder as efficient catalyst. *Research on Chemical Intermediates*, 46(6), 3067–3083. <https://doi.org/10.1007/s11164-020-04135-6>

Khan, H., Khan, I., & Binh, T. T. (2020). The heterogeneity of renewable energy consumption, carbon emission and financial development in the globe: A panel quantile regression approach. *Energy Reports*, 6, 859–867. <https://doi.org/10.1016/j.egy.2020.04.002>

Kouzu, M., & Hidaka, J. (2012). Transesterification of vegetable oil into biodiesel catalyzed by CaO : A review. *Fuel*, 93, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.09.015>

Kulkarni, M. G., Gopinath, R., Meher, L. C., & Dalai, A. K. (2006). Solid acid catalyzed biodiesel production by simultaneous esterification and transesterification. *Green Chemistry*, 8(12), 1056–1062. <https://doi.org/10.1039/b605713f>

Kumar, D., & Ali, A. (2014). Potassium ion impregnated calcium oxide as a Nanocrystalline solid catalyst for Biodiesel production from waste cotton seed oil. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, 36(10), 1093–1102. <https://doi.org/10.1080/15567036.2010.545797>

Kurniawan, E. A. Asril, J. N. (2019). Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Oksida dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*). 01(2), 50–54.

- Lee, H. V, Juan, J. C., & Tau, Y. H. (2015). Preparation and application of binary acid- base  $\text{CaO-La}_2\text{O}_3$  catalyst for biodiesel production. *Renewable Energy*, 74, 124–132. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2014.07.017>
- Li, H., Fang, Z., Smith, R. L., & Yang, S. (2016). Efficient valorization of biomass to biofuels with bifunctional solid catalytic materials. *Energy And Combustion Science*, 55, 98–194. <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2016.04.004>
- Li, Z., Zhang, Z., Lian, Y., Zhao, Y., Zhang, J., Qu, C., & Tang, Y. (2021). Efficient solid base derived from eggshell for heterogeneous biodiesel production. *Indian Journal of Biochemistry & Biophysics*, 58(October), 457–463.
- Maneerung, T., Kawi, S., Dai, Y., & Wang, C. (2016). Sustainable biodiesel production via transesterification of waste cooking oil by using  $\text{CaO}$  catalysts prepared from chicken manure. *Energy Conversion and Management*, 123, 487–497. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.06.071>
- Mansir, N., Hwa, S., Ibrahim, M. L., & Hin, Y. (2017). Synthesis and application of waste egg shell derived  $\text{CaO}$  supported W-Mo mixed oxide catalysts for FAME production from waste cooking oil: Effect of stoichiometry. *Energy Conversion and Management*, 151(June), 216–226. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.08.069>
- Mansir, N., Hwa, S., Rashid, U., Izham, M., & Ping, Y. (2020). Modified waste egg shell derived bifunctional catalyst for biodiesel production from high FFA waste

cooking oil:A review. *May* 2017.  
<https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.10.098>

Marchetti, J. M. Ã., Miguel, V. U., & Errazu, A. F. (2007). Possible methods for biodiesel production. *11*, 1300–1311. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2005.08.006>

Marinkovi, D. M., Stankovi, M. V, Veli, A. V, & Avramovi, J. M. (2016). Calcium oxide as a promising heterogeneous catalyst for biodiesel production: Current state and perspectives Calcium oxide as a promising heterogeneous catalyst for biodiesel production: Current state and perspectives. *April*. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.12.007>

Matus, E. V, Khitsova, L. M., Efimova, O. S., Yashnik, S. A., Shikina, N. V, & Ismagilov, Z. R. (2019). Preparation of Carbon Nanotubes with Supported Metal Oxide Nanoparticles : Effect of Metal Precursor on Thermal Decomposition Behavior of the Materials. *21*, 303–316.

Meng, Y., Wang, B., Li, S., Tian, S., & Zhang, M. (2013). Effect of calcination temperature on the activity of solid Ca/Al composite oxide-based alkaline catalyst for biodiesel production. *Bioresource Technology*, *128*, 305–309.  
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.10.152>

Mohadesi, M., Moradi, G., Ghanbari, M., & Moradi, M. J. (2019). Investigating the effect of n-hexane as solvent on waste cooking oil conversion to biodiesel using CaO on a new support as catalyst. *Measurement*, *135*(March), 606–612.  
<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.12.022>

- Mohebbi, S., Rostamizadeh, M., & Kahforoushan, D. (2020). Effect of molybdenum promoter on performance of high silica MoO<sub>3</sub>/B-ZSM-5 nanocatalyst in biodiesel production. *Fuel*, 266(June 2019), 117063. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.117063>
- Mulyatun, M., Istadi, I., & Widayat, W. (2023). Synthesis and Characterization of Physically Mixed V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.CaO as Bifunctional Catalyst for Methyl Ester Production from Waste Cooking Oil. *Journal Renewable Energy Development*, 12(2), 381–389. <https://doi.org/10.14710/ijred.2023.51047>
- Mulyatun, M., Prameswari, J., & Widayat, I. I. W. (2024). Synthesis Method Effect on the Catalytic Performance of Acid-Base Bifunctional Catalysts for Converting Low Quality Waste Cooking Oil to Biodiesel. *Catalysis Letters*, 154(8), 4837–4855. <https://doi.org/10.1007/s10562-024-04643-9>
- Navajas, A., Reyero, I., Jiménez-barrera, E., & Romero-sarria, F. (2020). Catalytic Performance of Bulk and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Supported Molybdenum Oxide for the Production of Biodiesel from Oil with High Free Fatty Acids Content. *Catalyst*, 10(February), 158. <https://doi.org/10.3390/catal10020158>
- Ngamcharussrivichai, C., Nunthasanti, P., Tanachai, S., & Bunyakiat, K. (2010). Biodiesel production through transesterification over natural calciums. *Fuel Processing Technology*, 91(11), 1409–1415. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2010.05.014>
- Nor, W., Wan, N., Aishah, N., & Amin, S. (2011). Optimization of heterogeneous biodiesel production

- from waste cooking palm oil via response surface methodology. *Biomass and Bioenergy*, 35(3), 1329–1338. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.12.049>
- Norjannah, B., Ong, C., Masjuki, H. H., Juan, J. C., & Chong, W. T. (2016). Enzymatic transesterification for biodiesel production: a comprehensive review. *RSC Advances*, 60034–60055. <https://doi.org/10.1039/c6ra08062f>
- Nurlaela, A., Dewi, S. U., Dahlan, K., & Soejoko, D. S. (2014). Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam Dan Bebek Sebagai Sumber Kalsium Untuk Sintesis Mineral Tulang. *Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia (Indonesian Journal of Physics Education)*, 10(1), 81–85. <https://doi.org/10.15294/jpfi.v10i1.3054>
- Oloye, F. F. (2020). Results in Materials Raman spectroscopy and XRD study on molybdenum oxide supported titania. *Results in Materials*, 5(February), 100064. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2020.100064>
- Ong, H., Milano, J., Susan, A., Haji, M., Halim, A., Wang, C., Meurah, T., Mahlia, I., Siswantoro, J., Kusumo, F., & Sutrisno, J. (2019). Biodiesel production from *Calophyllum inophyllum* - *Ceiba pentandra* oil mixture : Optimization and characterization. *Journal of Cleaner Production*, 219, 183–198. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.02.048>
- Orsavova, J., Misurcova, L., Ambrozova, J. V., & Vicha, R. (2015). Fatty Acids Composition of Vegetable Oils and Its Contribution to Dietary Energy Intake and Dependence of Cardiovascular Mortality on Dietary Intake of Fatty Acids. *Journal Molecular Science*, 16(6), 12871–12890. <https://doi.org/10.3390/ijms160612871>

- Owusu, P. A., & Asumadu-sarkodie, S. (2016). sustainability issues and climate change mitigation A review of renewable energy sources , sustainability issues and climate change mitigation. *Cogent Engineering*, 15(1). <https://doi.org/10.1080/23311916.2016.1167990>
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Hadi, S., Ilim, I., Alista, D. I., & Sinaga, D. A. (2023). Study on the Reaction Parameters on Transesterification of Rubber Seed Oil Using MgO/zeolite-A Catalyst. *Trends in Scincies*, 20(8).<https://doi.org/https://doi.org/10.48048/tis.2023.6480>
- Patel, N. K., & Shah, S. N. (2015). Biodiesel from Plant Oils. In *Food, Energy, and Water*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800211-7.00011-9>
- Petit, S., & Madejova, J. (2013). Fourier Transform Infrared Spectroscopy. In *Handbook of Clay Science* (2nd ed., Vol. 5). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098259-5.00009-3>
- Potts, P. J., & Webb, P. C. (1992). X-ray Fluorescence Spectrometry. *Geochemical Exploration*, 44, 251–296. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0375-6742\(92\)90052-A](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0375-6742(92)90052-A)
- Qin, F., Nohair, B., Shen, W., Xu, H., & Kaliaguine, S. (2016). Promotional Effects of CeO<sub>2</sub> on Stability and Activity of CaO for the Glycerolysis of Triglycerides. *Catalysis Letters*, 146(7), 1273–1282. <https://doi.org/10.1007/s10562-016-1741-6>
- Rabie, A. M., Shaban, M., Abukhadra, M. R., Hosny, R., Ahmed, S. A., & Negm, N. A. (2019). Diatomite

- supported by CaO/MgO nanocomposite as heterogeneous catalyst for biodiesel production from waste cooking oil. *Journal of Molecular Liquids*, 279, 224–231. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.01.096>
- Rakic, V., & Damjanovi, L. (2013). Temperature-Programmed Desorption (TPD) Methods. [https://doi.org/10.1007/978-3-642-11954-5\\_4](https://doi.org/10.1007/978-3-642-11954-5_4)
- Razali, N., Jumadi, N., Jalani, A. Y., Kamarulzaman, N. Z., Faizal, K., & Ee, P. ' . (2022). Thermal Decompositions Carbonate in Chicken Eggshells: Study on Temperature and Contact time
- Razali, N., Musa, F. A., Jumadi, N., & Jalani, A. Y. (2021). Production of Calcium Oxide from Eggshell: Study on Calcination Temperature, Raw Weight and Contact Time. *RSU Internasional Research Conference*, 624(April), 624–637. <https://rsucon.rsu.ac.th/proceedings>
- Ressler, T., Jentoft, R. E., Wienold, J., Günter, M. M., & Timpe, O. (2000). In situ XAS and XRD studies on the formation of Mo suboxides during reduction of MoO<sub>3</sub>. *Journal of Physical Chemistry B*, 104(27), 6360–6370. <https://doi.org/10.1021/jp000690t>
- Rini, A. S., & Restiana, S. (2019). JoTP Diffraction Pattern Simulation of Crystal Structure towards the Ionic Radius Changes Via Vesta Program. *Technomaterial Physics*, 1(2), 139–147.
- Roschat, W., Siritanon, T., Yoosuk, B., & Promarak, V. (2016). Biodiesel production from palm oil using hydrated lime-derived CaO as a low-cost basic

heterogeneous catalyst. *ENERGY CONVERSION AND MANAGEMENT*, 108, 459–467.  
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2015.11.036>

Sari, M., & Yusuf, Y. (2018). Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite based on Green Mussel Shells ( *Perna viridis* ) with Calcination Temperature Variation Using the Precipitation Method Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite based on Green Mussel Shells ( *Perna vir.* *Internasional Journal of Nanoelectronics and Materials*, 11(March 2019), 357–370.  
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/432/1/012046>

Semwal, S., Arora, A. K., Badoni, R. P., & Tuli, D. K. (2011). Bioresource Technology Biodiesel production using heterogeneous catalysts. *Bioresource Technology*, 102(3), 2151–2161.  
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.10.080>

Sen, S. K., Dutta, S., Khan, R., Manir, M. S., Dutta, S., & Mortuza, A. Al. (2019). Characterization and Antibacterial Activity Study of Hydrothermally Synthesized *h*-MoO<sub>3</sub> Nanorods and  $\alpha$ -MoO<sub>3</sub> Nanoplates. *BioNanoScience*. 9, 73-882.  
<https://doi.org/10.1007/s12668-019-00671-7>.

Shaheen, W. M., & Selim, M. M. (2000). Thermal Decompositions of pure and mixed manganese carbonate and ammonium molybdate tetrahydrate. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 59, 961–970. <https://doi.org/10.1023/A:1010142813033>

Sian, T. S., & Reddy, G. B. (2004). Infrared spectroscopic studies on Mg intercalated crystalline MoO<sub>3</sub> thin films. *Applied Surface Science*, 236(1–4), 1–5.

<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.03.259>

Silva, F. M. N., Lima, E. G., Barbosa, T. L. A., & Rodrigues, M. G. F. (2019). Evaluation of catalysts mordenite and  $\text{MoO}_3$ /mordenite in the production of biodiesel. *Materials Science Forum*, 958 MSF, 11–16. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.958.11>

Singh, T. S., & Verma, T. N. (2019). Biodiesel production from *Momordica Charantia* ( L . ) : Extraction and engine characteristics. *Energy*, 189, 116198. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2019.116198>

Sun, H., Han, J., Ding, Y., Li, W., Duan, J., & Chen, P. (2010). Applied Catalysis A : General One-pot synthesized mesoporous Ca/SBA-15 solid base for transesterification of sunflower oil with methanol. “*Applied Catalysis A, General*,” 390(1–2), 26–34. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2010.09.030>

Sun, L., Yang, S., Guan, H., & Xie, X. (2019). Adsorption Characteristics of Gas Molecules ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CH}_4$ , and  $\text{H}_2$ ) on CaO-Based Catalysts during Biomass Thermal Conversion with in Situ  $\text{CO}_2$  Capture. *Catalyst*, 9(9), 757. <https://doi.org/10.3390/catal9090757>

Sunardi, Rosyidah, K., & Octaviana, T. B. (2013). Pemanfaatan cangkang bekicot (*achatina fulica*) sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi. *Jurnal Fisika FLUX*, 10(2), 100–109.

Syah, R., Liyanita, A., Arifah, N., & Puspitasari, E. (2017). Enhanced Electro-Catalytic Process on the Synthesis of FAME Using CaO from Eggshell. *Energy Procedia*, 105, 289–296.

<https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.03.316>

Tangboriboon, N., Kunanuruksapong, R., Sirivat, A., Kunanuruksapong, R., & Sirivat, A. (2012). Preparation and properties of calcium oxide from eggshells via calcination. *Materials Science- Poland*, 30(4), 313–322. <https://doi.org/10.2478/s13536-012-0055-7>

Tangboriboon, N., & Suttiprapar, J. (2016). Innovative Preparation Calcium Hydroxyapatite from Duck Eggshell via Pyrolysis. *Applied Mechanics and Materials*, 851, 8–13. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amm.851.8>

Thomas, S., Thomas, R., & Mishra, Kumar, R. (2017). Spectroscopic Methods For Nanomaterials Characterization(Issue2). <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46140-5.00011-X>

Timothy. (2018). Renewable energy sources: A variable choice. *Environment: Science and Policy for Sustainable Development*, 8–20.

UNFCCC. (2015). Adoption of the paris agreement. *Science*, 364(6435), 39.6-40. <https://doi.org/10.1126/science.364.6435.39-f>

Velmurugan, A., & Warriar, A. R. (2022). Production of biodiesel from waste cooking oil using mesoporous MgO–SnO<sub>2</sub> nanocomposite. *Journal of Engineering and Applied Science*, 1–22. <https://doi.org/10.1186/s44147-022-00143-y>

Verma, P., & Sharma, M. P. (2016). Comparative analysis of effect of methanol and ethanol on Karanja biodiesel

- production and its optimisation. *FUEL*, 180, 164–174.  
<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.04.035>
- Wang, Y., Ou, S., Liu, P., Xue, F., & Tang, S. (2006). Comparison of two different processes to synthesize biodiesel by waste cooking oil. *Journal of Molecular Catalyst A: Chemical*, 252, 107–112.  
<https://doi.org/10.1016/j.molcata.2006.02.047>
- Wicaksono, D., & Kusumaningtyas, R. D. (2019). Synthesis of ZnO/CaO Catalyst from Eggshell Waste for Biodiesel Production. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 8(1), 65–71. <https://doi.org/10.15294/jbat.v8i1.20185>
- Win, T. T., & Khine, M. M. (2016). Chicken Eggshell Waste as a Suitable Catalyst for Transesterification of Palm Oil: Optimization for Biodiesel Production. *Agricultural and Biological Sciences*. 29.
- Xie, W., & Zhao, L. (2014). Heterogeneous CaO-MoO<sub>3</sub>-SBA-15 catalysts for biodiesel production from soybean oil. *Energy Conversion and Management*, 79, 34–42.  
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2013.11.041>
- Yan, S., Dimaggio, C., Mohan, S., Kim, M., Salley, S. O., & Ng, K. Y. S. (2010). *Advancements in Heterogeneous Catalysis for Biodiesel Synthesis*. 721–736.  
<https://doi.org/10.1007/s11244-010-9460-5>
- Yilmaz, P., Öztürk Er, E., Bakirdere, S., Ülgen, K., & Özbek, B. (2019). Application of supercritical gel drying method on fabrication of mechanically improved and biologically safe three-component scaffold composed of graphene oxide/chitosan/hydroxyapatite and characterization studies. *Journal of Materials Research*

and *Technology*, 8(6), 5201–5216.  
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.08.043>

Yin, X., Duan, X., You, Q., Dai, C., Tan, Z., & Zhu, X. (2016). Biodiesel production from soybean oil deodorizer distillate using calcined duck eggshell as catalyst. *Energy Conversion and Management*, 112, 199–207.

<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.01.026>

Yu, Z., Jiang, H., Gu, D., Wang, L., & Shen, L. (2016). A New Way to Prepare  $\text{MoO}_3/\text{C}$  as Anode of Lithium ion Battery for Enhancing the Electrochemical Performance at Room Temperature. *Journal of Electrochemical Science and Technology*, 7(2), 170–178.

<https://doi.org/10.33961/jecst.2016.7.2.170>

Zdražil, M. (2001). Supported  $\text{MoO}_3$  catalysts : preparation by the new “ slurry impregnation ” method and activity in hydrodesulphurization. *Catalyst Today*. 65(2-4), 301–306. [https://doi.org/10.1016/S0920-5886\(00\)0056-8](https://doi.org/10.1016/S0920-5886(00)0056-8)

Zhang, G., Hattori, H., & Tanabe, K. (1988). Aldol Addition of Acetone , Catalyzed by Solid Base Catalysts : Magnesium Oxide , Calcium Oxide , Strontium Oxide , Barium Oxide , Lanthanum (III) Oxide and Zirconium Oxide. *Applied Catalysis*. 36, 189–197.  
[https://doi.org/10.1016/S0166-9834\(00\)80114-1](https://doi.org/10.1016/S0166-9834(00)80114-1)

Zhang, J., Fan, Y., Yu, X., Huang, Z., Dai, W., & Yang, L. (2021). Improvement on the Catalytic Performance of  $\text{MoO}_3$  Nanobelts for  $\text{NH}_3$  SCR Reaction by  $\text{SnO}_2$  Modification : Enhancement of Acidity and Redox Property. *Catalysis Letters*, 9(757).  
<https://doi.org/10.1007/s10562-021-03653-1>



## LAMPIRAN PERHITUNGAN

### A. Jumlah $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ atau AHMTH

Jumlah katalis yang diinginkan = 25 g

97% CaO = 24,25 g

mr  $\text{MoO}_3$  = 143,9382 g/mol

mr  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  = 1235,9975 g/mol

Dit : massa AHMTH yang dibutuhkan... ?

Jawab:

**massa  $\text{MoO}_3$**  =  $3\% \times 25 \text{ g} = 0,75 \text{ g}$

**mol  $\text{MoO}_3$**  =  $\frac{0,75 \text{ g}}{143,9382 \text{ g/mol}} = 0,00521 \text{ mol}$

Reaksi dekomposisi prekursor garam AHMTH sebagai berikut :



Perbandingan valensi  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O} : \text{MoO}_3 = 1 : 7$

**mol AHMTH** =  $0,00521 \text{ mol} / 7 = 0,000744 \text{ mol}$

**Massa AHMTH yang ditambahkan, sebagai berikut:**

m AHMTH =  $0,000744 \text{ mol} \times 1235,99 \text{ g/mol} = 0,92 \text{ g}$

### B. Perhitungan jumlah minyak jelantah:Metanol

Diketahui:

Densitas minyak jelantah = 0,9033 g/mL

Rasio mol MeOH:Oil = 6:1

$V_{\text{minyak jelantah}}$  = 50 mL

Densitas metanol = 0,792 g/mL

BM methanol = 32 g/mol

BM Minyak jelantah = 933,43 g/mol

Dit:

- Mencari massa katalis yang digunakan....?
- mencari mol minyak jarak jelantah....?
- mencari mol metanol....?

Jawab:

### Reaksi

1 Trigliserida + 3Metanol  $\longrightarrow$  Ester lemak + Gliserol

#### • Mencari massa dan mol minyak jelantah

$$m_{\text{minyak jelantah}} = V_{\text{minyak jelantah}} \times P_{\text{minyak jelantah}}$$

$$m_{\text{minyak jelantah}} = 50 \text{ mL} \times 0,9033 \text{ g/mL}$$

$$m_{\text{minyak jelantah}} = 45,165 \text{ g}$$

$$n_{\text{minyak jelantah}} = m_{\text{minyak jelantah}} / \text{BM}_{\text{minyak jelantah}}$$

$$n_{\text{minyak jelantah}} = \frac{45,165 \text{ g}}{933,43 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$n_{\text{minyak jelantah}} = 0,0483 \text{ mol}$$

#### • Mencari mol metanol

$$n_{\text{metanol}} = \frac{\text{Koefisien metanol}}{\text{koefisien minyak}} \times \text{mol minyak}$$

$$n_{\text{metanol}} = \frac{3}{1} \times 0,0483 \text{ mol}$$

$$n_{\text{metanol}} = 0,1449 \text{ mol}$$

Rasio perbandingan minyak:metanol (1:6), maka  $0,1449 \text{ mol} \times 6 = 0,8694 \text{ mol}$

- **Mencari massa metanol**

$$m_{\text{metanol}} = n_{\text{minyak}} \times \text{BM}_{\text{metanol}}$$

$$m_{\text{metanol}} = 0,8694 \text{ mol} \times 32 \text{ g/mol}$$

$$m_{\text{metanol}} = 27,8208 \text{ g}$$

**C. Jumlah massa katalis yang digunakan**

katalis yang diinginkan = 1% dari berat minyak jelantah

$$P_{\text{minyak jelantah}} = 0,9033 \text{ g/mL}$$

$$\text{Massa katalis} = P_{\text{minyak}} \times V_{\text{minyak jelantah}} \times \% \text{ katalis}$$

$$\text{Massa katalis} = 0,9033 \text{ g/mL} \times 50 \text{ mL} \times 1\%$$

Massa katalis yang digunakan sebesar = 0,451 g/sampel

**D. Perhitungan 2M HCl 250 mL dari HCl 37% pekat**

**Diketahui:**

$$\text{densitas HCl 37\%} = 1,18 \text{ g/mL}$$

$$\text{Mr HCl} = 36,46 \text{ g/mol}$$

$$M_2 = 2 \text{ M}$$

$$V_2 = 250 \text{ mL}$$

Ditanya...?

- Molaritas HCL kadar 37% pekat

$$[\text{HCl}] = \frac{p \times \% \times 10}{mr \text{ HCl}} = \frac{1,18 \text{ g/mL} \times 37\% \times 10}{36,46 \text{ g/mol}} = 11,97 \text{ M}$$

- $V_1$  HCl yang dibutuhkan

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$11,97 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

**$V_1 = 41,77 \text{ mL HCl}$  yang dibutuhkan**

Maka,  $V_{\text{air}}$  yang disiapkan sebesar 208,23 mL

### E. Perhitungan Densitas minyak

$$\text{Densitas}_{\text{minyak}} = \left( \frac{m_{\text{minyak}} - m_{\text{piknometer kosong}}}{\text{Volume piknometer (mL)}} \right)$$

#### ▪ Minyak jelantah Suhu 40°C

| No               | $m_{\text{piknometer}}$<br>kosong (g) | $m_{\text{minyak}}$<br>(g) | $V_{\text{piknometer}}$<br>(mL) | densitas<br>(g/mL) |
|------------------|---------------------------------------|----------------------------|---------------------------------|--------------------|
| 1                | 18,17                                 | 40,77                      | 25                              | 0,904              |
| 2                | 18,17                                 | 40,75                      | 25                              | 0,9032             |
| 3                | 18,17                                 | 40,74                      | 25                              | 0,9028             |
| <b>rata-rata</b> |                                       |                            |                                 | <b>0,9033</b>      |

### F. Perhitungan FFA dan bilangan asam minyak jelantah

➤ Kadar FFA dan bilangan asam

$$\text{Bilangan asam (g-KOH/g)} = \left( \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}}}{W_{\text{sampel (g)}}} \times 56,1 \right)$$

| No           | $V_{\text{minyak}}$<br>(mL) | $V_{\text{metanol}}$<br>(mL) | $V_{\text{KOH}}$<br>(mL) | FFA<br>(%)  | bilangan<br>asam |
|--------------|-----------------------------|------------------------------|--------------------------|-------------|------------------|
| 1            | 9,15                        | 50                           | 23,8                     | 7,52        | 14,59            |
| 2            | 9,15                        | 50                           | 23,7                     | 7,265       | 14,53            |
| <b>Hasil</b> |                             |                              |                          | <b>7,39</b> | <b>14,56</b>     |

### G. Perhitungan densitas biodiesel

$$\text{Densitas}_{\text{biodiesel}} = \left( \frac{m_{\text{biodiesel}} - m_{\text{piknometer kosong}}}{\text{Volume piknometer (mL)}} \right)$$

➤ Suhu 40°C

### 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

| No               | m <sub>piknometer</sub><br>kosong (g) | m <sub>biodiesel</sub><br>(g) | V <sub>piknometer</sub><br>(mL) | Densitas<br>(g/mL) |
|------------------|---------------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| 1                | 18,56                                 | 40,7                          | 25                              |                    |
| 2                | 18,56                                 | 40,8                          | 25                              |                    |
| <b>Rata-rata</b> |                                       |                               |                                 | <b>0,8876</b>      |

#### ➤ Suhu 40°C

### CaO

| No               | m <sub>piknometer</sub><br>kosong (g) | m <sub>biodiesel</sub><br>(g) | V <sub>piknometer</sub><br>(mL) | densitas<br>(g/mL) |
|------------------|---------------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| 1                | 18,56                                 | 40                            | 25                              | 0,857              |
| 2                | 18,55                                 | 40,2                          | 25                              | 0,866              |
| 3                | 18,56                                 | 40,2                          | 25                              | 0,8656             |
| <b>Rata-rata</b> |                                       |                               |                                 | <b>0,862</b>       |

## H. Biodiesel

### Katalis CaO

#### ➤ Kadar FFA dan bilangan asam

$$\text{➤ Bilangan asam(g-KOH/g)} = \left( \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}}}{W_{\text{sampel}} (\text{g})} \times 56,1 \right)$$

| No           | V <sub>bio</sub><br>(g) | V <sub>metanol</sub><br>(mL) | V <sub>KOH</sub><br>(mL) | FFA<br>(%)    | bilangan<br>asam |
|--------------|-------------------------|------------------------------|--------------------------|---------------|------------------|
| 1            | 5,00                    | 50                           | 12                       | 6,72          | 13,44            |
| 2            | 4,99                    | 50                           | 12                       | 5,745         | 13,49            |
| <b>Hasil</b> |                         |                              |                          | <b>6,7325</b> | <b>13,465</b>    |

#### ➤ Konversi FFA

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 1 - \text{FFAbiodiesel/minyak} \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 1 - (6,7325/7,39)$$

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 1 - 0,911 \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 8,9\%$$

### Katalis 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

➤ Kadar FFA dan bilangan asam

$$\text{➤ Bilangan asam (g-KOH/g)} = \left( \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}}}{W_{\text{sampel}} (\text{g})} \times 56,1 \right)$$

| No           | V <sub>bio</sub><br>(g) | V <sub>metanol</sub><br>(mL) | V <sub>KOH</sub><br>(mL) | FFA<br>(%)    | bilangan<br>asam |
|--------------|-------------------------|------------------------------|--------------------------|---------------|------------------|
| 1            | 5,08                    | 50                           | 9,1                      | 4,965         | 9,93             |
| 2            | 5,05                    | 50                           | 9,1                      | 5,05          | 10,10            |
| <b>Hasil</b> |                         |                              |                          | <b>5,0075</b> | <b>10,015</b>    |

➤ **Konversi FFA**

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 1 - (\text{FFAbiodiesel/minyak}) \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 1 - (5,0075/7,39)$$

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 1 - 0,677 \times 100\%$$

$$\text{Konversi FFA (\%)} = 32,3\%$$

### J. Perhitungan FAME Yield (%) biodiesel

#### Diketahui:

$$\text{Minyak jelantah} = 45,156 \text{ g}$$

$$\text{berat biodiesel (CaO)} = 44,7 \text{ g}$$

$$\text{FAME (\%)} \text{ CaO} = 71,03\%$$

$$\text{berat biodiesel (3\%MoO}_3\text{/CaO)} = 45,0 \text{ g}$$

$$\text{FAME (\%)} \text{ 3\%MoO}_3\text{/CaO} = 91,23\%$$

#### Ditanya ?

1. FAME Yield (%) 3%MoO<sub>3</sub>/CaO.....?

2. FAME Yield (%) CaO.....?

Jawab:

➤ **FAME Yield (%) 3%MoO<sub>3</sub>/CaO**

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{FAME (\%)} \times \text{berat biodiesel(g)}}{\text{berat minyak jelantah yang digunakan (g)}} \times 100\% \\ &= \frac{91,23 \% \times 45,0 \text{ g}}{45,156 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 90,91\% \end{aligned}$$

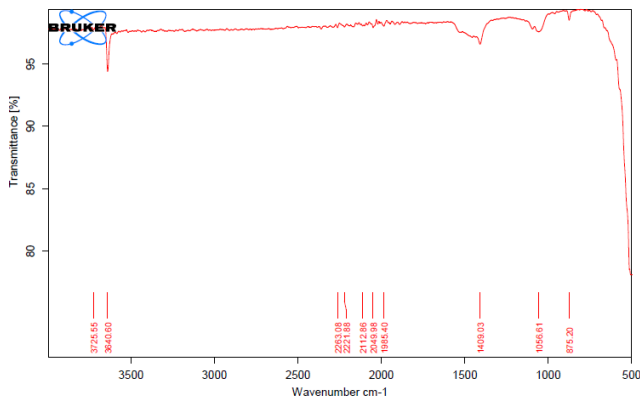
➤ **FAME Yield (%) CaO**

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{FAME (\%)} \times \text{berat biodiesel(g)}}{\text{berat minyak jelantah yang digunakan (g)}} \times 100\% \\ &= \frac{71,03\% \times 44,7 \text{ g}}{45,156 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 70,31\% \end{aligned}$$

## Lampiran Pengujian

### Lampiran 1. Karakterisasi FTIR

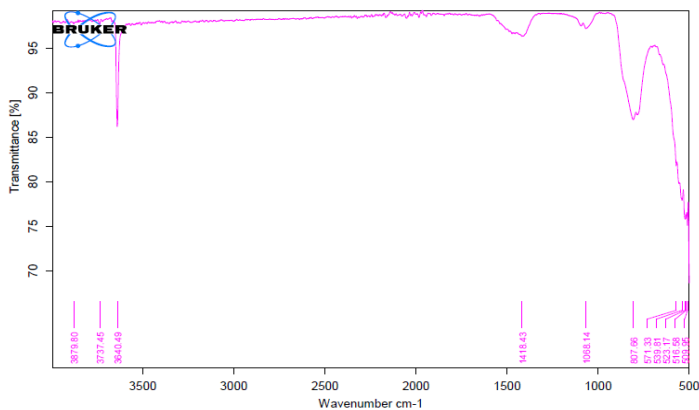
Kalsinasi Cangkang telur bebek 900°C 4 jam



C:\Users\UIN Walisongo\Documents\Bruker\OPUS\_8.2.28\DATA\MEAS\CaO-900.0 CaO-900 Instrument type and / or accessory 4/1/2024

Page 1/1

Katalis heterogen 3%MoO<sub>3</sub>/CaO



C:\Users\UIN Walisongo\Documents\Bruker\OPUS\_8.2.28\DATA\MEAS\MOO3-900.0 MOO3-900 Instrument type and / or accessory 4/1/2024

Page 1/1

## Lampiran 2. Karakterisasi XRD



### LABORATORIUM FISIKA

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

Gd. D9 Kampus sekaran, Gunungpati Semarang 50229

Telepon Jur. Fisika (024)8508034

#### KWITANSI

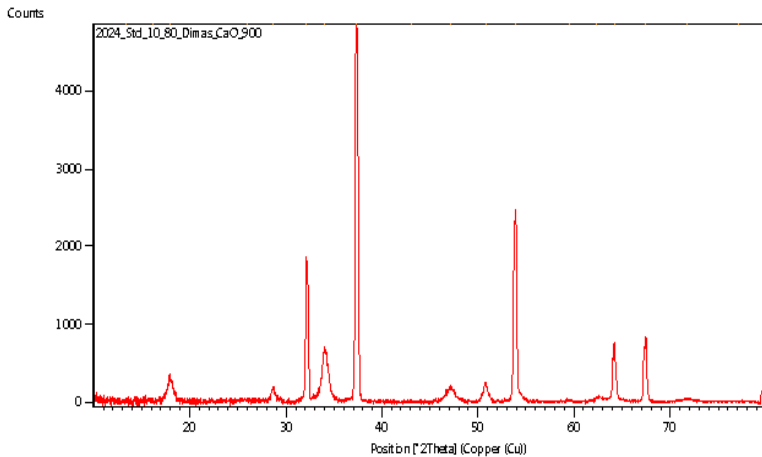
Telah diterima dari : Dimas Rizqi Fajar (UIN)  
Banyaknya Uang : EMPAT RATUS RIBU RUPIAH  
Untuk Pembayaran : Uji XRD  
Jumlah sampel : 2  
Harga Satuan : 200000  
Total : Rp. 400000

Semarang, 22 April 2024  
Bendahara Lab. Fisika

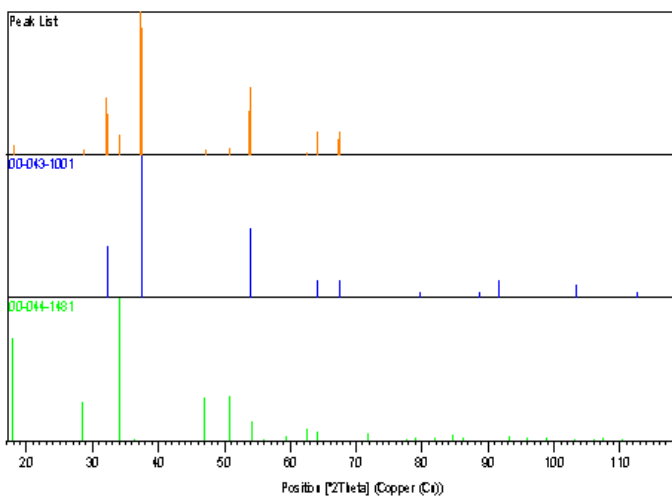
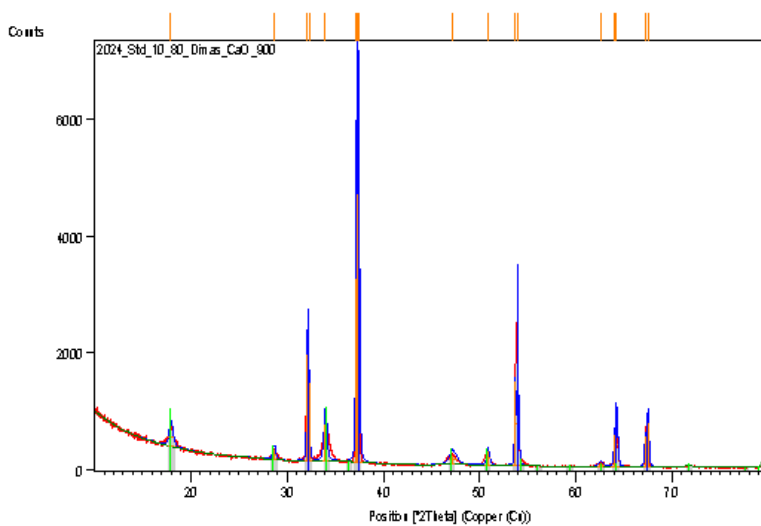
Natalia Erna S., S.Pd  
NIP. 197912172005022001

## Kalsinasi Cangkang telur bebek 900°C 4 Jam

### Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



## Analisis menggunakan X'pert HighScore Plus Premium Database JCPDS



## Peak List: (Bookmark 3)

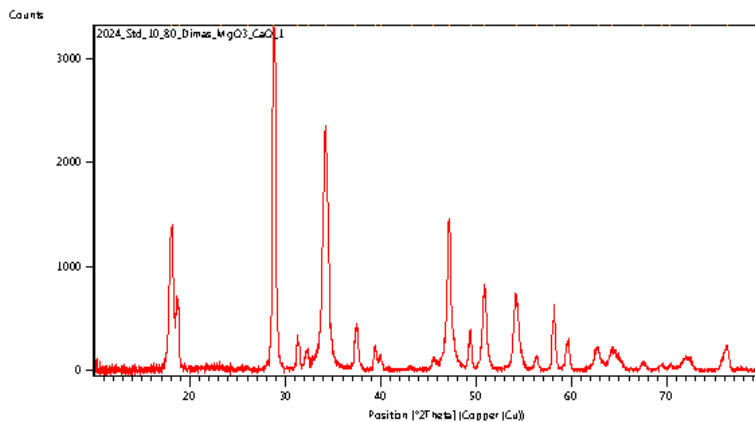
| Pos.<br>[°2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM<br>Left<br>[°2Th.] | d-<br>spaci<br>ng [Å] | Rel.<br>Int.<br>[%] | Tip<br>Widt<br>h | Match<br>ed by      |
|-----------------|-----------------|-------------------------|-----------------------|---------------------|------------------|---------------------|
| 17,964<br>870   | 304,2277<br>00  | 0,4723<br>20            | 4,937<br>74           | 6,59                | 0,56<br>68       | 00-<br>044-<br>1481 |
| 28,668<br>430   | 173,9493<br>00  | 0,3936<br>00            | 3,113<br>92           | 3,77                | 0,47<br>23       | 00-<br>044-<br>1481 |
| 32,107<br>380   | 1843,194<br>000 | 0,1377<br>60            | 2,787<br>82           | 39,9<br>3           | 0,16<br>53       | 00-<br>043-<br>1001 |
| 32,323<br>800   | 1334,828<br>000 | 0,0787<br>20            | 2,769<br>64           | 28,9<br>1           | 0,09<br>45       | 00-<br>043-<br>1001 |
| 33,989<br>640   | 645,4991<br>00  | 0,3542<br>40            | 2,637<br>62           | 13,9<br>8           | 0,42<br>51       | 00-<br>044-<br>1481 |
| 37,177<br>800   | 3155,072<br>000 | 0,0960<br>00            | 2,416<br>43           | 68,3<br>4           | 0,11<br>52       | 00-<br>043-<br>1001 |
| 37,270<br>120   | 4616,405<br>000 | 0,1180<br>80            | 2,412<br>65           | 100,<br>00          | 0,14<br>17       | 00-<br>043-<br>1001 |
| 37,465<br>220   | 4115,102<br>000 | 0,1180<br>80            | 2,400<br>54           | 89,1<br>4           | 0,14<br>17       | 00-<br>043-<br>1001 |
| 47,192<br>990   | 171,9207<br>00  | 0,8659<br>20            | 1,925<br>93           | 3,72                | 1,03<br>91       | 00-<br>044-<br>1481 |
| 50,841<br>490   | 237,7116<br>00  | 0,3148<br>80            | 1,795<br>96           | 5,15                | 0,37<br>79       | 00-<br>044-<br>1481 |

|               |                 |              |             |           |            |                                             |
|---------------|-----------------|--------------|-------------|-----------|------------|---------------------------------------------|
| 53,692<br>670 | 1449,510<br>000 | 0,1200<br>00 | 1,705<br>71 | 31,4<br>0 | 0,14<br>40 | 00-<br>043-<br>1001                         |
| 53,969<br>990 | 2202,083<br>000 | 0,0984<br>00 | 1,699<br>01 | 47,7<br>0 | 0,11<br>81 | 00-<br>043-<br>1001                         |
| 62,548<br>890 | 66,34786<br>0   | 0,6297<br>60 | 1,485<br>03 | 1,44      | 0,75<br>57 | 00-<br>044-<br>1481                         |
| 64,019<br>040 | 557,7068<br>00  | 0,1920<br>00 | 1,453<br>23 | 12,0<br>8 | 0,23<br>04 | 00-<br>043-<br>1001;<br>00-<br>044-<br>1481 |
| 64,237<br>010 | 762,7989<br>00  | 0,1574<br>40 | 1,450<br>02 | 16,5<br>2 | 0,18<br>89 | 00-<br>043-<br>1001;<br>00-<br>044-<br>1481 |
| 67,234<br>050 | 537,6436<br>00  | 0,1920<br>00 | 1,391<br>34 | 11,6<br>5 | 0,23<br>04 | 00-<br>043-<br>1001                         |
| 67,492<br>610 | 778,8316<br>00  | 0,1180<br>80 | 1,387<br>78 | 16,8<br>7 | 0,14<br>17 | 00-<br>043-<br>1001                         |

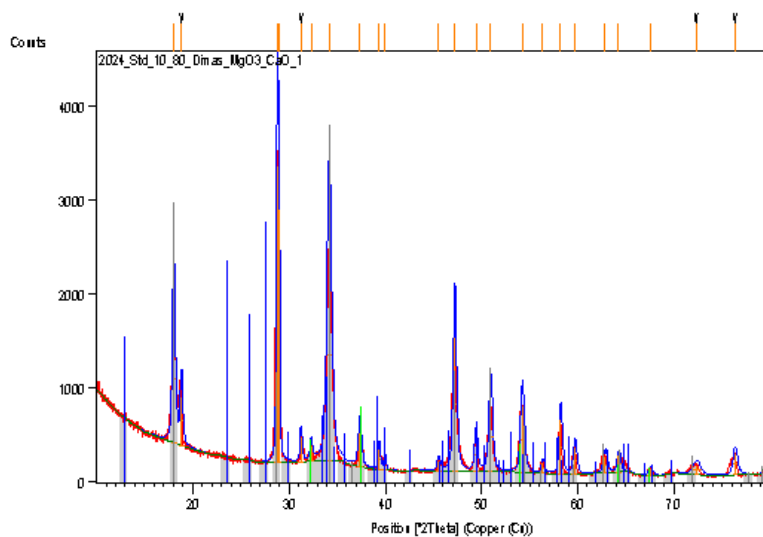
---

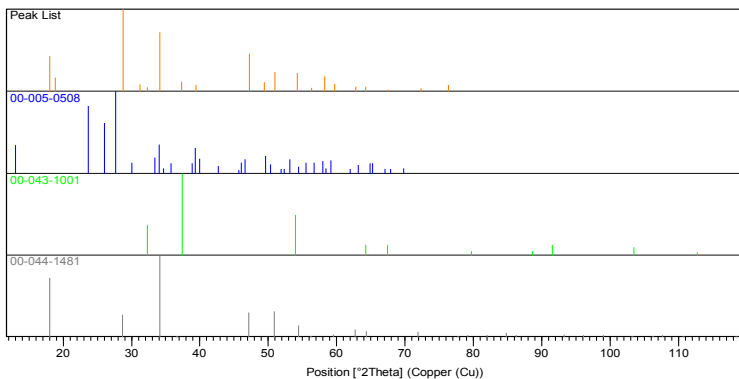
## Katalis heterogen 3%MoO<sub>3</sub>/CaO

*Main Graphics, Analyze View:* (Bookmark 2)



## Analisis menggunakan X'pert HighScore Plus Premium Database JCPDS





### Peak List: (Bookmark 3)

| Pos.<br>[°2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM<br>Left<br>[°2Th.] | d-<br>spaci<br>ng [Å] | Rel.<br>Int.<br>[%] | Tip<br>Widt<br>h | Match<br>ed by                              |
|-----------------|-----------------|-------------------------|-----------------------|---------------------|------------------|---------------------------------------------|
| 18,046<br>490   | 1351,118<br>000 | 0,3542<br>40            | 4,915<br>59           | 42,7<br>6           | 0,42<br>51       | 00-<br>044-<br>1481                         |
| 28,766<br>380   | 3159,938<br>000 | 0,1574<br>40            | 3,103<br>54           | 100,<br>00          | 0,18<br>89       | 00-<br>044-<br>1481                         |
| 32,300<br>300   | 160,6802<br>00  | 0,3148<br>80            | 2,771<br>60           | 5,08                | 0,37<br>79       | 00-<br>043-<br>1001                         |
| 34,178<br>460   | 2260,600<br>000 | 0,5510<br>40            | 2,623<br>48           | 71,5<br>4           | 0,66<br>12       | 00-<br>005-<br>0508;<br>00-<br>044-<br>1481 |

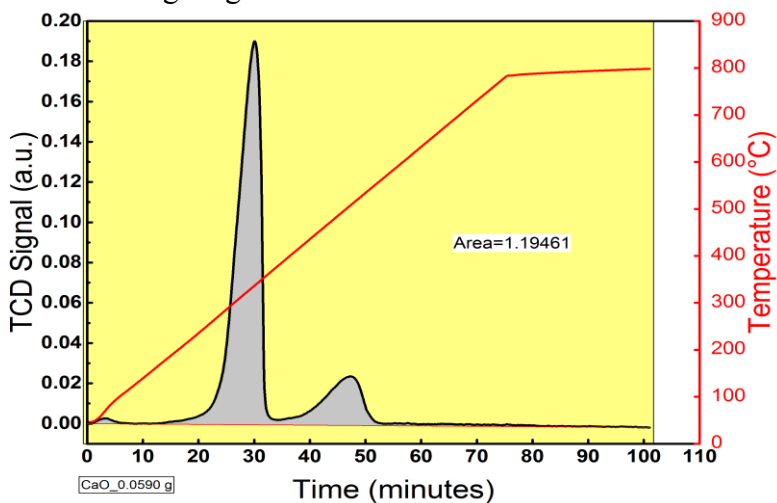
|               |                 |              |             |           |            |                                             |
|---------------|-----------------|--------------|-------------|-----------|------------|---------------------------------------------|
| 37,358<br>280 | 370,2253<br>00  | 0,3936<br>00 | 2,407<br>16 | 11,7<br>2 | 0,47<br>23 | 00-<br>043-<br>1001                         |
| 39,390<br>170 | 233,8215<br>00  | 0,3148<br>80 | 2,287<br>55 | 7,40      | 0,37<br>79 | 00-<br>005-<br>0508                         |
| 47,214<br>350 | 1431,391<br>000 | 0,3936<br>00 | 1,925<br>11 | 45,3<br>0 | 0,47<br>23 | 00-<br>044-<br>1481                         |
| 49,409<br>700 | 346,5276<br>00  | 0,3542<br>40 | 1,844<br>59 | 10,9<br>7 | 0,42<br>51 | 00-<br>005-<br>0508                         |
| 50,931<br>650 | 746,8577<br>00  | 0,4329<br>60 | 1,792<br>99 | 23,6<br>4 | 0,51<br>96 | 00-<br>005-<br>0508;<br>00-<br>044-<br>1481 |
| 54,221<br>360 | 705,2648<br>00  | 0,4329<br>60 | 1,691<br>72 | 22,3<br>2 | 0,51<br>96 | 00-<br>005-<br>0508;<br>00-<br>044-<br>1481 |
| 56,355<br>850 | 119,0247<br>00  | 0,3148<br>80 | 1,632<br>61 | 3,77      | 0,37<br>79 | 00-<br>044-<br>1481                         |
| 58,197<br>830 | 574,9070<br>00  | 0,3542<br>40 | 1,585<br>25 | 18,1<br>9 | 0,42<br>51 | 00-<br>005-<br>0508                         |
| 59,682<br>940 | 283,9066<br>00  | 0,3936<br>00 | 1,549<br>30 | 8,98      | 0,47<br>23 | 00-<br>005-<br>0508;<br>00-                 |

|        |          |        |       |      |      |               |
|--------|----------|--------|-------|------|------|---------------|
|        |          |        |       |      |      | 044-<br>1481  |
| 62,817 | 182,7874 | 0,4723 | 1,479 | 5,78 | 0,56 | 00-           |
| 400    | 00       | 20     | 33    |      | 68   | 044-<br>1481  |
| 64,275 | 178,3809 | 0,7872 | 1,449 | 5,65 | 0,94 | 00-           |
| 580    | 00       | 00     | 25    |      | 46   | 043-<br>1001; |
|        |          |        |       |      |      | 00-           |
|        |          |        |       |      |      | 044-<br>1481  |
| 67,534 | 73,71121 | 0,4723 | 1,387 | 2,33 | 0,56 | 00-           |
| 810    | 0        | 20     | 02    |      | 68   | 005-<br>0508; |
|        |          |        |       |      |      | 00-           |
|        |          |        |       |      |      | 043-<br>1001  |
| 72,284 | 105,0161 | 0,9446 | 1,307 | 3,32 | 1,13 | 00-           |
| 220    | 00       | 40     | 14    |      | 36   | 044-<br>1481  |

---

### Lampiran 3. Karakterisasi lanjut TPD-CO<sub>2</sub>

Kalsinasi Cangkang telur bebek 900°C 4 Jam



Kalibrasi untuk Perhitungan CO<sub>2</sub> dalam He

#### 1. Data kalibrasi

| Area       | Volume mixed gas (ml) | Gas Mixed Ratio | CO <sub>2</sub> concentration (%) | Volume CO <sub>2</sub> (ml) | mol CO <sub>2</sub> (mmol) | mol CO <sub>2</sub> (mmol) |
|------------|-----------------------|-----------------|-----------------------------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| 0,00158679 | 0,5                   | 0,25            | 1,25                              | 0,00625                     | 2,78844E-07                | 0,000279                   |
| 0,00387516 | 0,5                   | 0,5             | 2,5                               | 0,0125                      | 5,57688E-07                | 0,000558                   |
| 0,00501626 | 0,5                   | 0,75            | 3,75                              | 0,01875                     | 8,36532E-07                | 0,000837                   |
| 0,00728041 | 0,5                   | 1               | 5                                 | 0,025                       | 1,11538E-06                | 0,001115                   |

Konsentrasi Mixed Gas = 5% CO<sub>2</sub> (He balance, v/v)

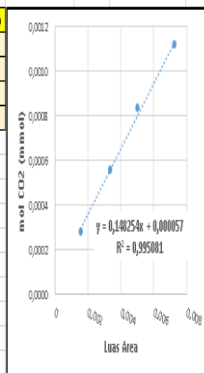
$$R \text{ (Latm/K.mol)} = 0,082057338$$

$$P \text{ (stp)} = 1 \text{ atm}$$

$$T \text{ (stp)} = 273,15 \text{ K}$$

Kalibrasi dilakukan pada tanggal 28 November 2023, dengan menggunakan loop injection 0.5 ml

Flowrate gas adalah 50 ml/min

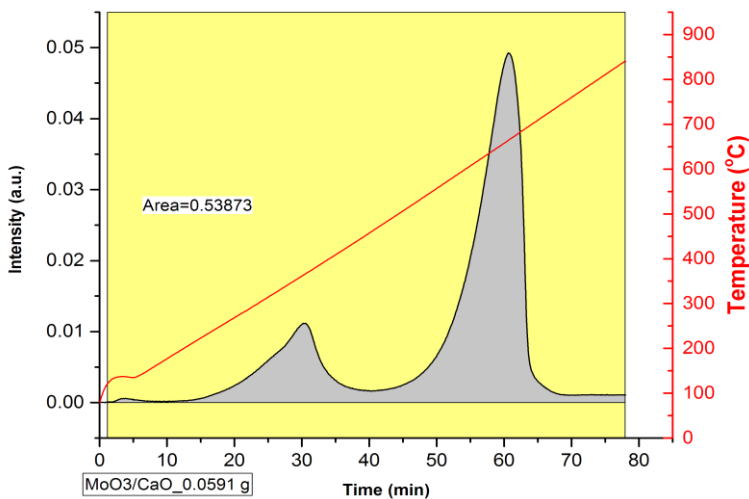


#### 2. Contoh Perhitungan

Persamaan  $\rightarrow$   $\text{mol CO}_2 \text{ (mmol)} = 0,148254 * \text{Luas Area} + 0,000057$

| Code | Sample | Sample weight (g) | Area    | mol CO <sub>2</sub> (mmol) | mol CO <sub>2</sub> / sample (mmol/g) |
|------|--------|-------------------|---------|----------------------------|---------------------------------------|
| 001  | CaO    | 0,059             | 1,19461 | 0,17716                    | 3,0028                                |

## Katalis heterogen 3%MoO<sub>3</sub>/CaO 600°C 4 jam



### Kalibrasi untuk Perhitungan CO<sub>2</sub>-TPD

#### 1. Data kalibrasi

| Area   | Volume mixed gas (mL) | Volume CO <sub>2</sub> (mL) | mol CO <sub>2</sub> (mol) | mol CO <sub>2</sub> (mmol) |
|--------|-----------------------|-----------------------------|---------------------------|----------------------------|
| 0,0042 | 0,2                   | 0,0102                      | 4,5320E-07                | 4,5320E-04                 |
| 0,0081 | 0,4                   | 0,0203                      | 9,0640E-07                | 9,0640E-04                 |
| 0,0121 | 0,6                   | 0,0305                      | 1,3596E-06                | 1,3596E-03                 |
| 0,0166 | 0,8                   | 0,0406                      | 1,8128E-06                | 1,8128E-03                 |
| 0,0205 | 1                     | 0,0508                      | 2,2660E-06                | 2,2660E-03                 |

Konsentrasi Mixed Gas = 5.079% CO<sub>2</sub> (He balance, mol/mol)

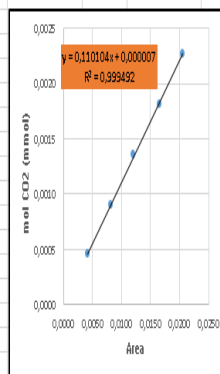
R (L.atm/K.mol) = 0,082057338

P (stp) = 1 atm

T (stp) = 273,15 K

Data kalibrasi dilakukan pada 08 Agustus 2023

Flow rate gas = 40 mL/min



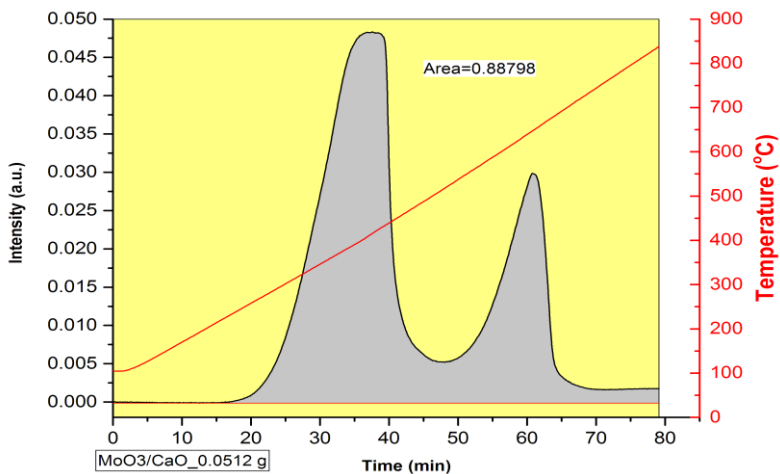
#### 2. Contoh Perhitungan

Persamaan →  $\text{mol CO}_2 \text{ (mmol)} = 0,110104 \times \text{Area} + 0,000007$

| Code | Sample                | Sample weight (g) | Area    | mol CO <sub>2</sub> (mmol) | Basicity (mmol/g) |
|------|-----------------------|-------------------|---------|----------------------------|-------------------|
| 001  | MoO <sub>3</sub> /CaO | 0.0591            | 0.53873 | 0.059323328                | 1.0038            |

## Lampiran 4. Karakterisasi lanjut TPD-NH<sub>3</sub>

Katalis heterogen 3%MoO<sub>3</sub>/CaO 600°C 4 jam



### Kalibrasi untuk Perhitungan NH<sub>3</sub>-TPD

#### 1. Data kalibrasi

| Area     | Volume mixed gas (mL) | Volume NH <sub>3</sub> (mL) | mol NH <sub>3</sub> (mol) | mol NH <sub>3</sub> (mmol) |
|----------|-----------------------|-----------------------------|---------------------------|----------------------------|
| 2,15E-03 | 0,2                   | 0,0101                      | 4,50E-07                  | 4,50E-04                   |
| 3,54E-03 | 0,4                   | 0,0202                      | 9,00E-07                  | 9,00E-04                   |
| 5,14E-03 | 0,6                   | 0,0303                      | 1,35E-06                  | 1,35E-03                   |
| 6,50E-03 | 0,8                   | 0,0404                      | 1,80E-06                  | 1,80E-03                   |
| 8,05E-03 | 1                     | 0,0504                      | 2,25E-06                  | 2,25E-03                   |

Konsentrasi Mixed Gas = 5,0441% NH<sub>3</sub> (He balance, mol/mol)

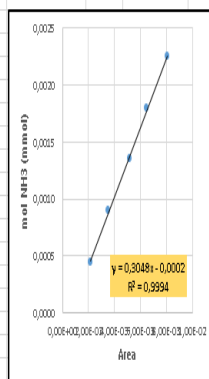
R (L.atm/K.mol) = 0,082057338

P (stp) = 1 atm

T (stp) = 273,15 K

Data kalibrasi dilakukan pada 8 Agustus 2024

Flow rate gas = 40 mL/min



#### 2. Contoh Perhitungan

Persamaan ->

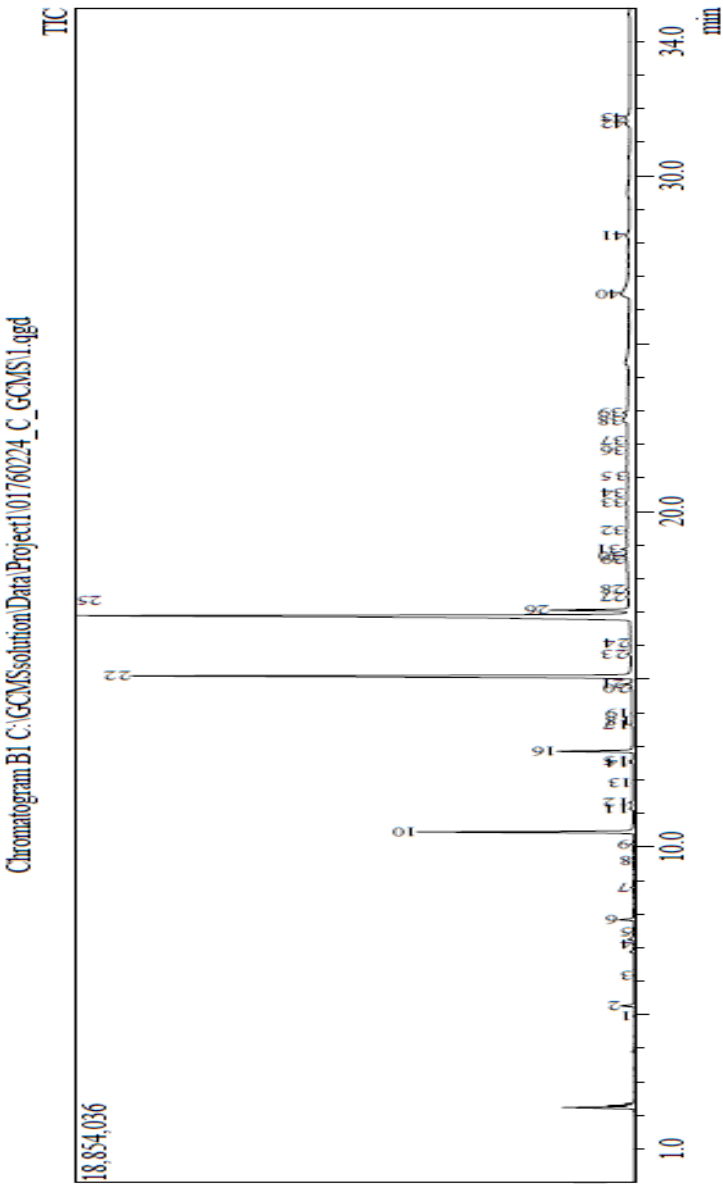
$$\text{mol NH}_3 \text{ (mmol)} = 0,3048 \cdot \text{Area} - 0,0002$$

| Code | Sample                | Sample weight (g) | Area   | mol NH <sub>3</sub> (mmol) | Acidity (mmol/g) |
|------|-----------------------|-------------------|--------|----------------------------|------------------|
| 001  | MoO <sub>3</sub> /CaO | 0,0512            | 0,8880 | 0,2705                     | 5,2823           |

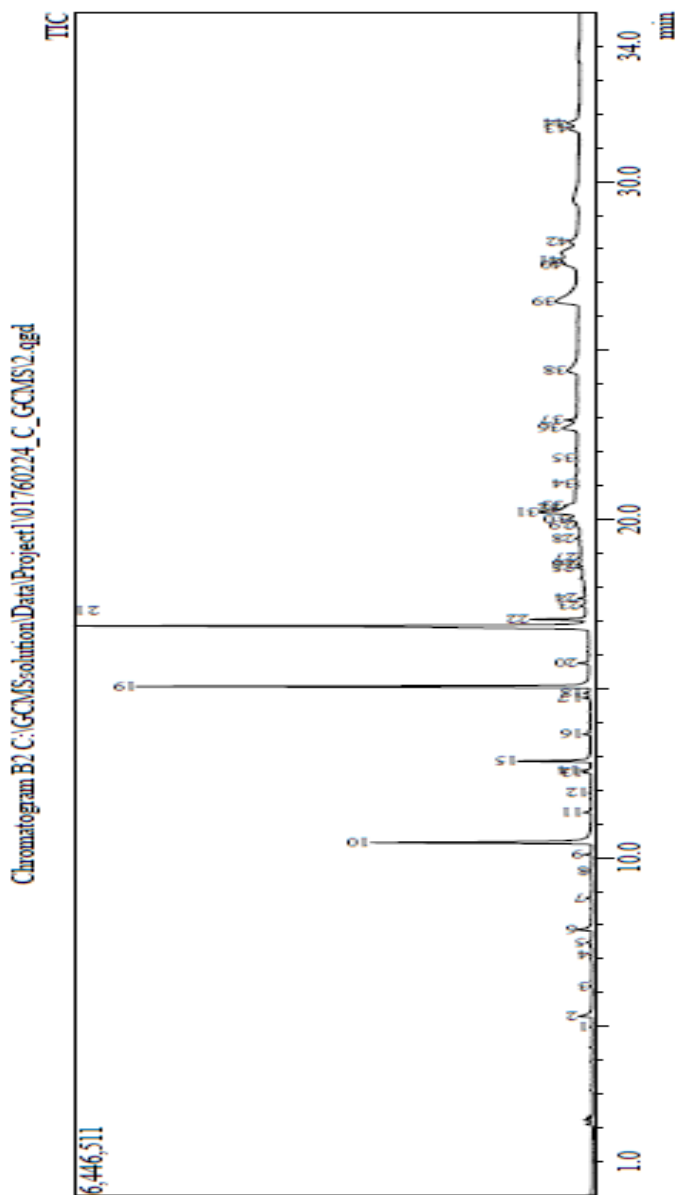
## Lampiran 5. Karakterisasi GC-MS

|                                                                                     |                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                          |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|    | <b>LABORATORIUM TERPADU<br/>PENGUJIAN DAN KALIBRASI<br/>UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA</b> | <b>Gedung : Lab Terpadu<br/>Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta<br/>102741898444 ext. 4027<br/><a href="http://labterpaduuii.ac.id">http://labterpaduuii.ac.id</a><br/><a href="mailto:lab.terpadu@uii.ac.id">lab.terpadu@uii.ac.id</a></b> |
| <b>No. Dok : Form-37.P/Sert. Uji Rev. 0<br/>Tgl. Terbit : 28 Oktober 2024</b>       |                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b>Nomor : 01760224B/LTUII/X/2024<br/>Number</b>                                    |                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>SERTIFIKAT PENGUJIAN</u><br/><i>Certificate of Testing</i></b>                |                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Dibuat untuk</u><br/><i>Certified to</i></b>                                  | : Dimas Rizqi Fajar                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Jenis&gt;Nama Sampel</u><br/><i>Type/Name of sample</i></b>                   | : Cair (B1); Cair (B2)                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Asal Sampel</u><br/><i>Origin of sample</i></b>                               | : UIN Walisongo Semarang                                                                |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Jumlah Sampel</u><br/><i>Amount of sample</i></b>                             | : 1; 1                                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Kode Sampel</u><br/><i>Kode Sample</i></b>                                    | : 01760224/C/LTUII/1; 01760224/C/LTUII/2                                                |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Parameter</u><br/><i>Parameters</i></b>                                       | : Biodiesel; Biodiesel                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Tanggal Pengambilan Sampel</u><br/><i>Sample taken on</i></b>                 | : 1 November 2024                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Tanggal Penerimaan Sampel</u><br/><i>Sample received on</i></b>               | : 21 Oktober 2024                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b><u>Tanggal Pengujian Sampel</u><br/><i>Sample tested on</i></b>                  | : 23 Oktober 2024                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                          |
|  |                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b>LAYANAN PRIMA : AKURAT, TEPAT WAKTU, INTEGRITAS</b>                              |                                                                                         | <b>Halaman 1 dari 1</b>                                                                                                                                                                                                                  |

Spektrum GC-MS B1-3%MoO<sub>3</sub>/CaO



Spektrum GC-MS B2 CaO



## RIWAYAT HIDUP

### A. Identitas Diri

Nama lengkap : Dimas Rizqi Fajar  
Tempat dan Tgl. Lahir : Tegal, 22 Agustus 2003  
Alamat Rumah : Jl. Prima Dalam, DKI JKT  
HP : (+62)8953-5553-7600  
E-mail : [fajardimas249@gmail.com](mailto:fajardimas249@gmail.com)

### B. Riwayat Pendidikan

1. SDN Tegal Alur 03 Pagi Jakarta Barat (2009-2015)
2. SMPN 278 Jakarta Barat (2015-2018)
3. SMAN 111 Jakarta Utara IPA (2018-2021)

### C. Pengalaman Riset

1. Ekstraksi katalis CaO dari Cangkang telur ayam, bebek, dan telur puyuh untuk aplikasi biodiesel
2. Sintesis katalis Super Asam support TiO<sub>2</sub> untuk produksi prekursor diesel
3. Sintesis katalis bimetalik peyangga  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk reaksi deoksigenasi menjadi senyawa hidrokarbon