

**PERFORMA KATALIS CaO DAN KATALIS
BIFUNGSIONAL 7% Wt Fe₂O₃/CaO PADA
SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JARAK**

SKRIPSI

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



Oleh : Zidan Alfian Bahtiar

NIM : 1708036001

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO SEMARANG

TAHUN 2021

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Zidan Alfian Bahtiar
NIM : 1708036001
Program Studi : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini yang berjudul:

PERFORMA KATALIS CaO DAN KATALIS BIFUNGSIONAL 7% Wt Fe₂O₃/CaO PADA SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JARAK

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

Semarang, 2 Mei 2021

Pembuat

→ Pernyataan,



Zidan Alfian Bahtiar
NIM. 1708036001

PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : Performa Katalis CaO dan Katalis Bifungsional
7% wt Fe₂O₃/CaO Pada Sintesis Biodiesel
Dari Minyak jarak

Penulis : **Zidan Alfian Bahtiar**

NIM : 1708036001

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, 21/06/2021

DEWANPENGUJI

Ketua Sidang

Mulyatun, S.Pd., M.Si.
NIP. 198305042011012008

Sekretaris Sidang

Dr. Eng. Annisa Adiwena Putri, M.Sc
NIP. 19850405 201101 2 015

Penguji I

Wirda Udaibah, M.Si.
NIP. 19850104200912 2003

Penguji II

Ratih Rizqi Nirwana, S.Si.,M.Pd.
NIP. 19810414 200501 2 003

Pembimbing I

Mulyatun, S.Pd., M.Si.
NIP. 198305042011012008

Pembimbing II

Dr. Eng. Annisa Adiwena Putri, M.Sc
NIP. 19850405 201101 2 015

NOTA DINAS

Semarang, 6 Juni
2021

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 skripsi dengan:
Judul : **PERFORMA KATALIS CaO DAN KATALIS
BIFUNGSIONAL 7% Wt Fe₂O₃/CaO PADA
SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JARAK**

Penulis : Zidan Alfian bahtiar

NIM : 1708036001

Jurusan : Kimia

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

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Pembimbing I,



Mulyatun, M.Si

NIP. 198305042011012008

NOTA DINAS

Semarang, 6 Juni
2021

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 skripsi dengan:
Judul : **PERFORMA KATALIS CaO DAN KATALIS
BIFUNGSIONAL 7% Wt Fe₂O₃/CaO PADA
SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JARAK**

Penulis : Zidan Alfian Bahtiar

NIM : 1708036001

Jurusan : Kimia

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

Wassalamu'alaikum wr, wb.

Pembimbing II,



Dr.Eng. Anissa Adiwena Putri, M.Sc
NIP. 198504052011012015

ABSTRAK

Biodiesel merupakan salah satu solusi mengatasi krisis energi yang cukup menjanjikan. Biodiesel dapat disintesis dengan menggunakan katalis basa. Akan tetapi, katalis basa hanya bisa digunakan untuk bahan yang memiliki kadar FFA rendah. Katalis bifungsional disintesis untuk mengatasi masalah tersebut. Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui karakterisasi dan performa dari katalis CaO dan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dalam mensintesis biodiesel dari minyak jarak. Hasil karakterisasi dengan instrumen XRD dan FTIR menunjukkan bahwa telah diperoleh CaO dari batu kapur dan Fe_2O_3 telah berhasil diimpregnasi ke dalam CaO. Keberhasilan proses impregnasi ditunjukkan dengan munculnya puncak khas milik Fe_2O_3 pada difraktogram XRD maupun spektra FTIR. Dari uji kemampuan katalitik katalis CaO didapatkan %FAME sebesar 31,49%, %yield sebesar 27,31% serta penurunan kadar FFA sebesar 44,8%. Adapun katalis bifungsional $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ menunjukkan hasil %FAME sebesar 20,03%, %yield sebesar 18,61%, dan penurunan kadar FFA sebanyak 71,35%. Meskipun katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ memiliki aktivitas katalitik yang lebih rendah dalam mensintesis biodiesel dibandingkan dengan katalis CaO, namun katalis ini memiliki kemampuan untuk menurunkan kadar FFA yang lebih tinggi dibandingkan dengan katalis CaO.

Kata kunci : Biodiesel, Minyak Jarak, CaO, $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

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

Skripsi dengan judul "**PERFORMA KATALIS CaO DAN KATALIS BIFUNGSIONAL Fe₂O₃/CaO 7% Wt PADA SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JARAK**" disusun untuk memenuhi syarat guna memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.

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

1. Dr. H. Ismail, M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
2. Hj. Malikhatul Hidayah, S.T., M.Pd, selaku Ketua Program Studi Kimia UIN Walisongo Semarang sekaligus Dosen Wali yang senantiasa memberikan bimbingan, dukungan,

serta motivasi kepada penulis selama belajar di UIN Walisongo.

3. Mulyatun, M.Si, selaku dosen pembimbing pertama yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam memberikan bimbingan dan pengarahan kepada penulis.
4. Dr.Eng. Anissa Adiwena Putri, M.Sc, selaku dosen pembimbing kedua yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam memberikan bimbingan dan pengarahan kepada penulis.
5. Segenap Bapak dan Ibu Dosen Kimia yang sudah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, motivasi, dan pelajaran berharga bagi penulis.
6. Ibu Anita Karunia Z, S.Si, Ahmad Mughis, S.Pd, dan segenap asisten laboratorium kimia, yang telah berbagi pengalaman berharga bagi penulis selama penulis beraktivitas dan belajar sebagai asisten di Laboratorium Kimia UIN Walisongo.
7. Bapak Muhtarom dan Ibu Siti Robiatul Adawiyah, selaku orang tua kandung penulis yang selalu memberi dukungan dan motivasi terutama kasih sayang serta do'a disetiap harinya.

8. Irfan Maulana Ahmad dan Maulana Farid Afgan, selaku adik-adik kandung penulis yang selalu memberikan semangat kepada penulis
9. Mahasiswa kimia 2017 penghuni lab, yang menjadi orang-orang yang selalu menemani sekaligus menjadi partner ngedumel penulis sejak pertama kali berada di Lab
10. Teman-teman mahasiswa Kimia khususnya angkatan 2017 yang telah memberikan pengalaman selama penulis berproses di UIN Walisongo.
11. Semua pihak yang telah memberikan kontribusi dan dukungan yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa pengetahuan yang penulis miliki masih kurang sehingga laporan skripsi ini masih jauh dari kata kesempurnaan. Oleh, karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak guna untuk memperbaiki dan penyempurnakan pada penulisan berikutnya. Penulis berharap semoga laporan praktikum mandiri ini bermanfaat, *Amin Ya Rabbal 'Alamin.*

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

← Semarang 2021
- 2021 -
Penulis
Zidan Alifian Bahtiar

DAFTAR ISI

PERNYATAAN KEASLIAN	ii
PENGESAHAN	iii
NOTA DINAS.....	iv
NOTA DINAS.....	v
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
Daftar Isi	x
Daftar gambar.....	xii
Daftar tabel.....	xiii
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah.....	13
C. Tujuan Penelitian.....	13
D. Manfaat Penelitian	14
BAB II	15
LANDASAN PUSTAKA.....	15
A. Kajian Teori.....	15
B. Kajian Hasil Penelitian yang Relevan	29
BAB III.....	34
METODE PENELITIAN	34
A. Tempat dan Waktu Penelitian.....	34

B.	Alat dan Bahan	34
C.	Metode.....	35
BAB IV	43	
	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	43
A.	Deskripsi Hasil Penelitian	43
B.	Pembahasan Hasil Penelitian.....	58
BAB V.....	70	
	SIMPULAN DAN SARAN.....	70
A.	Simpulan.....	70
B.	Saran	71
DAFTAR PUSTAKA.....	73	
LAMPIRAN	93	
RIWAYAT HIDUP	117	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Reaksi transesterifikasi	18
Gambar 2. 2 Proses transesterifikasi pada oksida logam.....	20
Gambar 2. 3 Reaksi esterifikasi.....	21
Gambar 2. 4 Proses esterifikasi dengan oksida logam	22
Gambar 2. 5 Dekomposisi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ menjadi Fe_2O_3	25
Gambar 2. 6 Asam risinoleat sebagai komponen utama minyak jarak.....	29
Gambar 4. 1 Difraktogram CaO dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ hasil sintesis.....	48
Gambar 4. 2 Spektra FTIR katalis CaO dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$	50
Gambar 4. 3 Spektrum XRF katalis CaO	52
Gambar 4. 4 Perbandingan %FAME antara $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dengan CaO	59
Gambar 4. 5 Kromatogram biodiesel dengan katalis CaO	60
Gambar 4. 6 Kromatogram biodiesel dengan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$	61

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Sifat fisik minyak jarak	27
Tabel 2. 2 Komposisi minyak jarak.....	28
Tabel 4. 1 Hasil analisis XRF berdasarkan oksida	51
Tabel 4. 2 Hasil uji kuantitatif dan kualitatif kekuatan kebasaan dan keasaman katalis CaO dan Fe ₂ O ₃ /CaO	53
Tabel 4.3 Hasil analisis %Yield, %FAME dan %penurunan kadar FFA	65
Tabel 4. 4 Hasil analisis kadar asam lemak bebas dan bilangan asam.....	68
Tabel 4. 5 Hasil pengukuran densitas biodiesel	69

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Penggunaan minyak bumi secara global mengalami peningkatan tiap tahunnya, di mana pada tahun 1970 total energi yang dikonsumsi dari pembakaran minyak bumi sebesar 5000 juta ton dan nilainya menjadi 10000 juta ton pada tahun 2020 (K Ghosh 2020). Selain itu, penggunaan minyak bumi di Indonesia juga mengalami peningkatan tiap tahunnya. Penggunaan minyak di Indonesia pada tahun 2015 mencapai 1,6 juta barel per hari. Nilai ini semakin meningkat setiap tahun sampai pada tahun 2018, nilainya sudah menjadi 1,8 juta barel per hari. Namun demikian produksi minyak di Indonesia justru mengalami pengurangan. Hal ini ditunjukkan dengan produksi minyak di Indonesia pada tahun 2015 sebesar 837.646,56 barel per hari. Nilai ini semakin menurun hingga pada tahun 2018, di mana produksi minyak di Indonesia hanya sebesar 808.483,39 barel per hari (Kusnandar 2019). Menurut Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral, cadangan minyak bumi di Indonesia terus turun tiap tahunnya di mana pada tahun 2018 jumlahnya hanya

tinggal 3156 juta barel (Taher 2019). Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian tentang sumber daya energi alternatif yang dapat membantu mengurangi penggunaan minyak bumi di Indonesia. Salah satu alternatif yang ditawarkan adalah biodiesel. Biodiesel merupakan senyawa ester dari asam lemak berantai panjang. Biodiesel cukup menjanjikan karena dapat diperbaharui, memiliki kadar emisi yang lebih sedikit, dan *biodegradable* (Krishnamurthy, Sridhara, and Ananda Kumar 2020). Perkembangan biodiesel di Indonesia sendiri masih mengalami beberapa kendala. Hal ini dapat dilihat dari produksi biodiesel di Indonesia jumlahnya hanya sebanyak 1,11 juta kilo liter, atau sekitar 25% dari kapasitas produksi di Indonesia, meskipun pemerintah sudah menerapkan peraturan dana minyak sawit (CPO fund) untuk mendorong jumlah produksi biodiesel akan tetapi, jumlah produksi biodiesel di Indonesia tetap saja tidak memenuhi target. Salah satu kendala yang dihadapi dalam produksi biodiesel di Indonesia adalah perusahaan kelapa sawit lebih suka mengekspor minyak kelapa sawit dibandingkan dengan mengubahnya menjadi biodiesel karena melakukan ekspor lebih sedikit mengeluarkan dan usaha dibandingkan dengan melakukan sintesis biodiesel. Di Indonesia sendiri produksi biodiesel masih

menggunakan proses esterifikasi dan transesterifikasi dalam dua tahap sehingga tidak efektif (Murtiningrum dan Alfa Firdaus 2015). Oleh karena itu diharapkan penelitian katalis bifungsional ini dapat memberikan innovasi pada pengembangan biodiesel di Indonesia, sehingga kedepannya produksi biodiesel di Indonesia dapat memenuhi target yang sudah ditentukan.

Biodiesel dapat disintesis dengan reaksi transesterifikasi, di mana gugus alkohol pada trigliserida akan ditukar oleh gugus alkohol yang lain (metanol atau etanol) dengan bantuan katalis (Marwaha et al. 2018). Trigliserida sendiri sebenarnya dapat dijadikan sebagai bahan bakar, akan tetapi trigliserida memiliki sifat yang merugikan jika digunakan sebagai bahan bakar. Sifat-sifat itu seperti massa jenis yang besar, viskositas yang rendah, volatilitas yang rendah, dan kemudahan untuk mengalir yang rendah sehingga perlu dicari turunan dari trigliserida yang tidak memiliki sifat seperti trigliserida di mana biodiesel memiliki sifat-sifat yang lebih unggul jika dibandingkan dengan trigliserida (Srivastava and Prasad 2000). Biodiesel dapat diproduksi dari minyak sayur maupun lemak hewan. Minyak kedelai, minyak bunga matahari dan minyak kelapa sawit merupakan bahan yang paling banyak digunakan untuk pembuatan biodiesel

(Fonseca et al. 2019). Telah banyak peneliti yang meneliti tentang sintesis biodiesel dengan berbagai variasi bahan yang dipakai seperti minyak tanaman chaulmoogra (*Hydnocarpus wightiana*) (Krishnamurthy, Sridhara, and Ananda Kumar 2020), minyak kedelai (Yin et al. 2016), minyak kelapa sawit (Lestari, Sundaryono, and Elvia 2019), dan lain-lain. Pembuatan biodiesel dari bahan-bahan *food feedstock* tersebut membuat biaya produksi mahal karena menggunakan bahan makanan dan menyebabkan harga jual dari biodiesel juga mahal, sehingga tidak bisa menggantikan solar yang harganya lebih murah (Mansir et al. 2018). Menurut (Math, Kumar, and Chetty 2010) biaya pembuatan biodiesel dapat berkurang hingga 60-70% jika menggunakan bahan non pangan. Oleh karena itu telah dilakukan berbagai upaya memproduksi biodiesel dari bahan non pangan seperti, minyak jelantah, minyak jarak pagar, dan biji-bijian untuk mengatasi masalah persaingan dengan bahan makanan (Teo et al. 2019; Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Mardhiah et al. 2017).

Salah satu bahan non pangan yang dapat digunakan sebagai bahan pembuatan biodiesel adalah minyak jarak. Minyak jarak menarik minat berbagai pihak untuk dibuat menjadi biodiesel karena minyak jarak mengandung asam

risinoleat (Asam 12-hidroksi-9 oktadekanoat) dengan konsentrasi yang sangat tinggi (89%). Adanya kandungan asam risinoleat yang sangat tinggi inilah yang menyebabkan minyak jarak mempunyai sifat di antaranya: viskositas yang tinggi, bilangan iodin rendah, dan titik beku yang rendah. Selain itu minyak jarak dapat lebih mudah larut dalam metanol dibandingkan dengan minyak lainnya, bahkan minyak jarak dapat larut di metanol pada suhu 30°C, sehingga minyak jarak cocok digunakan sebagai bahan baku biodiesel (Osorio-González et al. 2020; Bauddh et al. 2015).

Katalis yang biasa digunakan untuk proses sintesis biodiesel biasanya katalis homogen, seperti NaOH, KOH, dan H₂SO₄) (Martino Di Serio et al. 2008). Katalis homogen banyak digunakan karena aktivitasnya yang tinggi, murah, waktu reaksi yang singkat, hasil yang didapatkan banyak dan ketersediaannya banyak (Fonseca et al. 2019). Akan tetapi penggunaan katalis homogen memiliki beberapa kelemahan, di antaranya adalah susah dipisahkan dengan produk pada akhir sintesis. Katalis basa homogen tidak dapat dipakai untuk sintesis biodiesel dari bahan yang kadar asam lemaknya yang tinggi (>0,5%) karena menyebabkan terjadinya penyabunan sehingga pemisahan gliserol di akhir menjadi sulit (M. Di Serio et al. 2010).

Katalis asam juga memiliki kelemahan yaitu dapat menyebabkan korosi pada alat yang digunakan karena sifat alami dari asam itu sendiri (Martino Di Serio et al. 2008). Kekurangan-kekurangan inilah yang membuat perlu dilakukan terobosan baru pada katalis sehingga produksi biodiesel dari bahan yang memiliki kadar asam lemak bebas yang tinggi dapat dilakukan.

Minyak jarak memiliki massa molar rata-rata sebesar 928,31gr/mol (Silva et al. 2011) dan mengandung 89% asam rinoleat, 4,2% asam linoleat, 3% asam oleat, 1% asam stearat, 1% asam palmitat, dan 0,7% asam dihidroksi stearat (Baudhh et al. 2015). Minyak jarak mempunyai kadar *free fatty acid* (FFA) sebesar 0,56% (Panhwar et al. 2019). Kadar asam lemak bebas yang dimiliki minyak jarak ini membuat katalis basa homogen akan bereaksi dengan FFnya dan membentuk sabun. Untuk mengatasi hal tersebut, maka dilakukan reaksi esterifikasi pada minyak jarak dengan katalis asam dan alkohol sebelum dilakukan reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan katalis basa untuk menghasilkan biodiesel (Ma and Hanna 1999). Dengan demikian, penggunaan katalis asam dan basa homogen dipandang tidak efektif dan dapat meningkatkan biaya produksi biodiesel dari minyak jarak (Sharma et al. 2018).

Untuk mengatasi hal ini maka dikembangkan katalis heterogen yang mampu melakukan reaksi transesterifikasi dengan pembentukan sabun yang sedikit. Salah satu katalis heterogen yang banyak digunakan adalah katalis CaO. Katalis CaO telah banyak dibuktikan mampu mengkatalis proses pembuatan biodiesel dengan baik. Katalis CaO juga memiliki keunggulan di antaranya aktivitas katalitik yang tinggi, kelimpahannya banyak, murah dan awet (Sharma et al. 2018). Katalis CaO telah dilaporkan memiliki luas permukaan tinggi (Sharma et al. 2018). Penggunaan katalis CaO untuk membuat biodiesel dari bahan yang mengandung asam lemak bebas pernah dilakukan oleh Kavitha, Geetha, and Jacqueline (2019) di mana pada penelitian itu didapatkan konversi limbah susu menjadi biodiesel dengan hasil sebesar 96% selama 3 jam. Papargyriou et al. (2019) juga telah mensintesis biodiesel menggunakan katalis CaO-Ca₃Al₂O₆ dari bahan minyak ikan cod yang memiliki kadar FFA tinggi dan didapatkan hasil 97% dengan penggunaan rasio minyak:metanol sebesar 12:1. Seffati et al. (2019) telah mensintesis katalis CaO yang digunakan untuk sintesis biodiesel dengan hasil reaksi didapatkan FAME sebanyak 90% dengan waktu reaksi 6 jam. Krishnamurthy, Sridhara, and Ananda Kumar (2020) melaporkan bahwa penggunaan CaO dari cangkang

siput dalam sintesis biodiesel dari minyak susu dan minyak minyak chaulmoogra (*Hydnocarpus wightiana*) menghasilkan kadar FFA masing-masing sebesar 9,36% dan 7,57%, serta %FAME masing-masing sebesar 96,92% dan 98,93%. . Chen et al. (2016) juga telah mensintesis katalis CaO dari cangkang kerang laut, dari informasi tersebut, diketahui bahwa telah banyak peneliti yang melakukan sintesis CaO dari bagian tubuh makhluk hidup. Selain menggunakan bagian tubuh makhluk hidup, CaO juga dapat diperoleh dari batu kapur yang banyak dijumpai di Indonesia (Aziz 2010; Munawaroh and Muharrami 2018). Komposisi utama batu kapur adalah kalsit (CaCO_3) yang kandungannya mencapai 99,2%, kuarsa (SiO_2) sebesar 0,7%, dan muskovit ($\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{F},\text{OH})_2$ sebesar 0,1% (Šiler et al. 2018). Penggunaan batu kapur sebagai bahan untuk pembuatan katalis telah dilakukan oleh Suprapto et al. (2016) yang dalam pembuatannya menggunakan metode kalsinasi dan kopresipitasi.

Meskipun telah banyak penelitian mengenai penggunaan katalis CaO untuk sintesis biodiesel, akan tetapi penggunaan katalis CaO pada proses sintesis biodiesel masih memiliki kelemahan yaitu lamanya waktu reaksi serta banyaknya alkohol yang dipakai untuk

membuat biodiesel. Marinković et al. (2017) melaporkan bahwa dibutuhkan rasio molar antara metanol dengan minyak sebanyak 9:1 untuk mendapatkan biodiesel di atas 90% serta waktu reaksi selama 5 jam. Hal ini akan menyebabkan biaya produksi meningkat. Katalis berbasis basa seperti CaO tidak bisa mengkatalis bahan yang memiliki kadar asam lemak tinggi, karena akan terjadi penyabunan. Selain itu katalis basa juga menghasilkan gliserol yang akan mengurangi kemurnian biodiesel. Oleh karena itu perlu dilakukan pengembangan katalis heterogen yang mampu melakukan reaksi transesterifikasi serta mampu melakukan reaksi esterifikasi dalam satu tahap.

Upaya yang dapat dilakukan untuk melakukan reaksi transesterifikasi dan esterifikasi dalam satu tahap adalah dengan melibatkan katalis heterogen bifungsional. Katalis heterogen bifungsional yang memiliki sisi asam dan sisi basa ini telah dikembangkan untuk menjembatani proses pembuatan biodiesel. Katalis ini memiliki sisi yang bersifat basa dan akan mengkatalis reaksi transesterifikasi. Selain itu katalis ini juga memiliki sisi yang bersifat sebagai asam dan akan mengkatalis reaksi esterifikasi (Farooq, Ramli, and Subbarao 2013). Salah satu katalis asam heterogen yang dapat digunakan untuk

menambah sisi asam adalah oksida logam Fe_2O_3 yang mana oksida ini akan membantu pada reaksi esterifikasi asam lemak bebas. Katalis Fe_2O_3 merupakan katalis heterogen yang telah terbukti mampu menambah sisi asam dari katalis basa dan mampu mengkatalis reaksi esterifikasi senyawa FFA. Hal ini dikarenakan Fe_2O_3 mampu bertindak sebagai asam lewis dengan menerima pasangan elektron dari alkohol ketika proses sintesis biodiesel (Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Domka et al. 1984; Mello et al. 2011). Penggunaan katalis Fe_2O_3 sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel pernah dilakukan oleh Teo et al. (2019) untuk sintesis biodiesel dengan hasil sebesar 94% dan rasio metanol:minyak 9:1 selama 4 jam pada temperatur reaksi 120°C. Pada penelitian yang dilakukan (Manman Mu, Ligong Chen, Yunlong Liu, Wangwang Fang 2014) bahwa katalis Fe_2O_3 memiliki performa yang lebih baik dibandingkan dengan katalis asam lewis lainnya dalam mengkatalis proses asilasi. Oleh akrena itu pada penelitian ini akan digunakan katalis Fe_2O_3 untuk menambah sisi asam pada katalis.

Katalis heterogen bifungsional telah dikembangkan oleh Ramli and Farooq (2015) seperti katalis bifungsional $\text{Mo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CeO}_2$ yang bisa menjembatani reaksi esterifikasi dan transesterifikasi dalam satu proses karena

memiliki situs asam yaitu γ -Al₂O₃ dan basa yaitu logam Mo dan CeO₂ dengan hasil biodiesel yang dihasilkan sebanyak 81,1%. Pan et al. (2018) juga telah mensintesis bifungsional Ca-Boron oksida yang memiliki situs asam basa dengan menggunakan metode sol-gel dalam sintesisnya. Adapun %biodiesel dari minyak jarak pagar yang dihasilkan sebanyak 96%. Pirouzmand, Anakhatoon, and Ghasemi (2018) juga telah mensintesis biodiesel menggunakan katalis bifungsional MCM-41 yang diimpregnasi dengan logam di mana ion logam bertindak sebagai asam Lewis dan $\equiv\text{SiO}^-$ sebagai basa Lewisnya dengan hasil biodiesel yang diperoleh sebanyak 93%. Ezzah-Mahmudah et al. (2016) juga telah mensintesis katalis bifungsional Fe₂O₃/CaO. Katalis ini mampu menghasilkan FAME di atas 90% dengan waktu reaksi 3 jam dan suhu 65°C.

Impregnasi Fe₂O₃ ke dalam katalis CaO memberikan beberapa keuntungan di antaranya, mampu menambah sisi asam pada katalis sehingga katalis mampu menjalankan reaksi esterifikasi. Selain itu penambahan Fe₂O₃ juga menambah kestabilan dari katalis. Hal ini dikarenakan ion Fe³⁺ dapat melakukan substitusi dengan ion Ca²⁺ pada kisi kristal kalsium dan Fe₂O₃ juga memiliki kemampuan untuk menyerap gugus karboksilat termasuk

FFA. Dari penelitian yang dilakukan oleh Ezzah-Mahmudah et al. (2016), diketahui bahwa rasio komposisi katalis bifungsional 7%wt $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ yang digunakan dalam sintesis biodiesel dari minyak jelantah dapat menghasilkan %FAME tertinggi dengan nilai sebanyak 90%. Dengan demikian, sebagai studi awal untuk sintesis biodiesel dari minyak jarak dengan katalis bifungsional pada penelitian ini juga akan digunakan 7% wt $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$.

Dari penelitian-penelitian yang sudah dilakukan dapat disimpulkan bahwa katalis katalis bifungsional merupakan katalis yang bermanfaat dalam proses sintesis biodiesel. Dari penelitian ini diharapkan katalis bifungsional $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dapat digunakan sebagai katalis pembuatan biodiesel dengan mempertimbangkan beberapa keuntungan yang ditawarkan, sehingga dapat menekan biaya pembuatan biodiesel dan dapat menekan konsumsi bahan bakar fosil di Indonesia.

B. Rumusan Masalah

1. Bagaimanakah karakter katalis CaO dan 7% wt Fe₂O₃/CaO hasil sintesis?
2. Bagaimana perbandingan aktivitas katalitik antara katalis CaO dengan katalis 7% wt Fe₂O₃/CaO pada sintesis biodiesel?
3. Bagaimana perbandingan karakteristik antara biodiesel hasil konversi dari minyak jarak menggunakan katalis CaO dengan menggunakan katalis 7% wt Fe₂O₃/CaO?

C. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakteristik katalis CaO dan katalis 7% wt Fe₂O₃/CaO hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui perbandingan aktivitas katalitik antara katalis CaO dengan katalis 7% wt Fe₂O₃/CaO pada sintesis biodiesel.
3. Untuk mengetahui perbedaan karakteristik antara biodiesel hasil konversi dari minyak jarak menggunakan katalis CaO dengan menggunakan katalis 7% wt Fe₂O₃/CaO.

D. Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat untuk memberikan informasi penggunaan katalis dalam sintesis biodiesel sebagai alternatif sumber energi yang terbarukan. Penggunaan katalis bifungsional dan minyak jarak pada produksi biodiesel diharapkan mampu dijadikan solusi masalah pembuatan biodiesel dari bahan *non-edible* dan bahan yang memiliki kadar FFA tinggi di masa depan.

BAB II

LANDASAN PUSTAKA

A. Kajian Teori

1. Katalis

Katalis adalah suatu zat yang mempercepat suatu reaksi kimia tanpa ikut bereaksi. Katalis bekerja dengan menurunkan energi aktivasi dari suatu reaksi dan menyediakan serangkaian mekanisme reaksi dengan kinetika yang lebih baik. Katalis dibagi menjadi menjadi tiga jenis, yaitu katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis enzim.

a. Katalis heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang antara fasa katalis dan fasa reaktan berbeda. Biasanya katalisnya berupa zat padat dan reaktan berupa gas atau cair. Katalis ini banyak dipakai di industri. Keuntungan dari katalis ini adalah mudah dipisahkan setelah proses selesai.

b. Katalis homogen

Katalis homogen adalah katalis yang antara fasa katalis dan reaktan berada pada fasa yang sama, biasanya fasanya cair (Chang 2004).

Secara sederhana mekanisme reaksi yang dibantu katalis dituliskan pada Persamaan 2.1-2.4



Di mana: A dan B adalah reaktan, C adalah katalis dan D adalah produk.

Idealnya, katalis seharusnya memiliki sifat tidak bisa berubah selama proses katalitik. Katalis akan tetap mengalami perubahan kimia dan fisika yang mengakibatkan penurunan kinerja dari suatu katalis. Katalis yang baik harus memiliki aktivitas kimia yang tinggi karena dengan aktivitas kimia yang tinggi akan memberikan keuntungan yang lebih dibandingkan dengan aktivitas kimia yang rendah. Keuntungan yang didapatkan di antaranya :

1. Laju reaksi yang lebih tinggi pada kondisi yang sama.
2. Hasil yang didapatkan lebih banyak meskipun reaktor yang digunakan lebih kecil.
3. Hasil yang didapatkan lebih banyak meskipun kondisi reaksi yang digunakan lebih tidak menguntungkan seperti suhu lebih rendah, tekanan lebih rendah dan

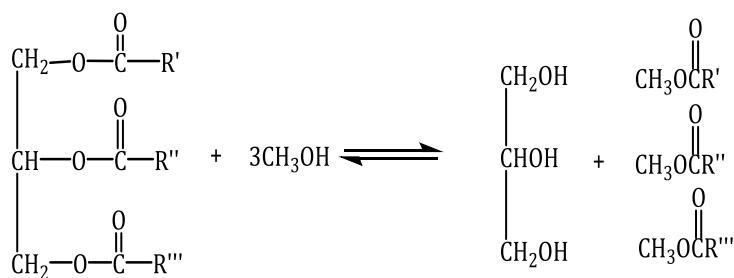
waktu lebih rendah. Selain itu, selektivitas juga semakin meningkat (Chang 2004; Richardson 1989).

Katalis dapat dikatakan bekerja dengan baik bila memenuhi beberapa hal di antaranya:

1. Memiliki aktivitas katalitik yang tinggi, yang ditunjukkan dengan mempunyai kemampuan yang baik mengubah reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Memiliki selektivitas yang tinggi, yang ditunjukkan dengan mampu menghasilkan produk yang diinginkan sebanyak mungkin dan menghasilkan produk samping sesedikit mungkin.
3. Memiliki kestabilan yang tinggi, yang ditunjukkan dengan katalis tetap memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi meskipun sudah digunakan berkali-kali.
4. Mampu menghasilkan *yield* yang tinggi, yang ditunjukkan dengan perbandingan antara produk:katalis yang tinggi.
5. Mampu diregenerasi dengan mudah, yang ditunjukkan dengan kemudahan dalam mengembalikan aktivitas katalis seperti semula (Nurhayati 2008).

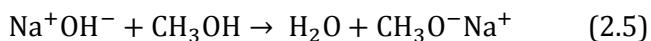
2. Biodiesel

Biodiesel didefinisikan sebagai bahan bakar non petroleum yang terdiri dari alkil ester (biasanya dalam bentuk metil ester) yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi suatu trigliserida dengan katalis basa atau esterifikasi suatu asam lemak bebas dengan katalis asam (Feng et al. 2010; Colombo, Ender, and Barros 2017). Biodiesel dapat disintesis dengan reaksi transesterifikasi di mana gliserol dari trigliserida akan diganti dengan alkohol lain (metanol atau etanol) dengan bantuan katalis (Marwaha et al. 2018). Reaksi transesterifikasi terjadi dengan mereaksikan trigliserida dan alkohol bermassa molekul rendah seperti metanol untuk membentuk metil ester dengan bantuan katalis basa sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 2.1 (Feng et al. 2010; Colombo, Ender, and Barros 2017; Martino Di Serio et al. 2008).

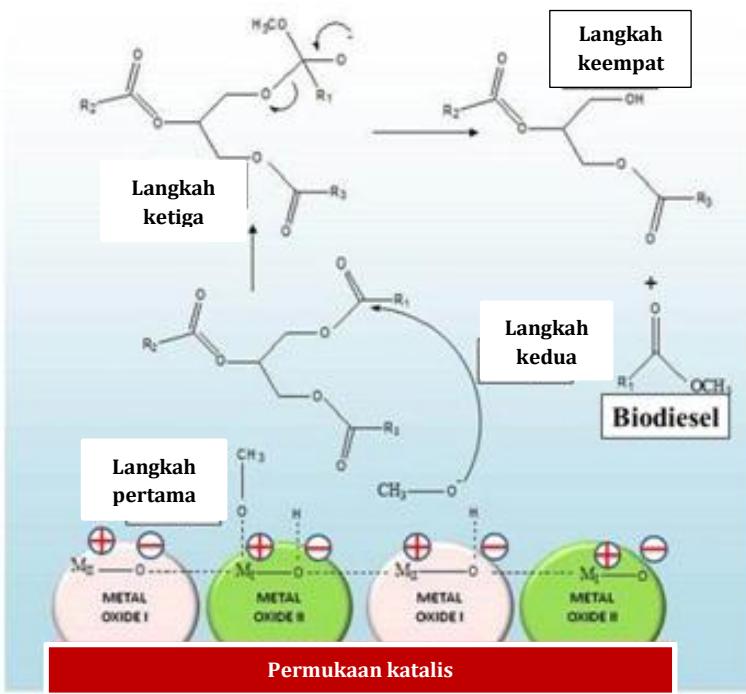


Gambar 2. 1 Reaksi transesterifikasi

Pada reaksi transesterifikasi, katalis basa homogen bereaksi dengan alkohol membentuk alkoksi, sesuai Persamaan 2.5.



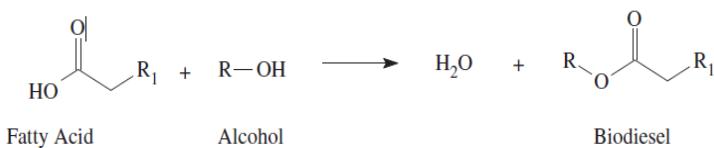
Alkoksi yang terbentuk (nukleofil) akan menyerang karbon karbonil pada trigliserida sehingga senyawa ester yang baru akan terbentuk. Dalam reaksi transesterifikasi, katalis basa heterogen bertindak sebagai basa Bronsted dengan mekanisme yang sama dengan katalis homogen yaitu pembentukan gugus alkoksi sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Sharma et al. 2018).



Gambar 2. 2 Proses transesterifikasi pada oksida logam

Selain reaksi transesterifikasi, biodiesel juga dapat disintesis dengan reaksi esterifikasi. Esterifikasi merupakan reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol untuk membentuk ester dengan bantuan katalis asam seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.3 (Mello et al. 2011). Reaksi esterifikasi dapat digunakan dalam sintesis biodiesel di mana asam lemak akan direaksikan dengan metanol untuk membentuk metil ester (biodiesel). Sintesis

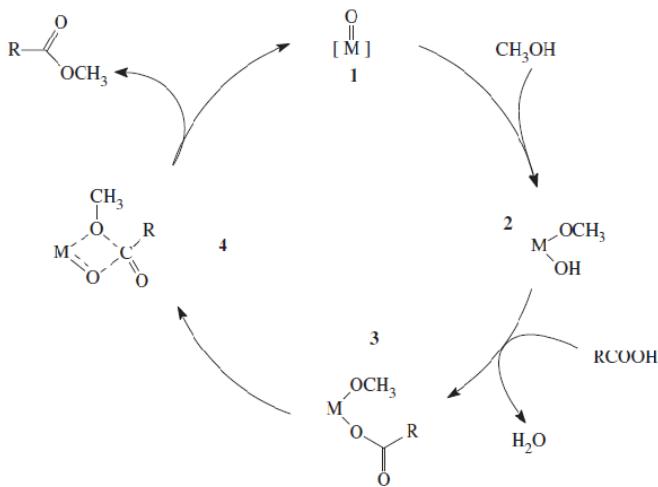
biodiesel dengan menggunakan reaksi esterifikasi dibantu oleh katalis asam homogen atau heterogen untuk meningkatkan laju reaksinya (Zaher and Soliman 2015; Vieira et al. 2013).



Gambar 2. 3 Reaksi esterifikasi

Katalis asam heterogen seperti oksida logam, memiliki beberapa kelebihan di antaranya mudah dipisahkan dan tidak bersifat korosif (Mello et al. 2011). Selain itu, oksida logam dipilih menjadi katalis dalam proses esterifikasi karena mempunyai kemampuan mengadsorpsi gugus karboksilat dalam jumlah banyak seperti Fe₂O₃ (Poonjarernsilp, Sano, and Tamon 2015). Mekanisme reaksi esterifikasi yang dibantu oleh oksida logam ditunjukkan pada Gambar 2.4. Katalis asam heterogen membantu pembentukan gugus alkaksi yang berasal dari alkohol sambil membentuk gugus hidroksi, kemudian gugus hidroksi akan bereaksi dengan gugus karbonil dan membentuk kompleks. Selanjutnya terjadi reaksi intramolekul pada kompleks ini, di mana gugus

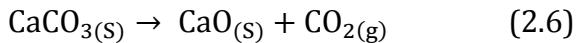
kabonil akan bereaksi dengan gugus alkoksi sehingga biodiesel dapat dihasilkan dalam akhir reaksi (Mello et al. 2011).



Gambar 2. 4 Proses esterifikasi dengan oksida logam

3. Kalsium oksida (CaO)

Kalsium oksida (CaO) merupakan senyawa yang banyak digunakan di dalam industri. CaO dapat disintesis dari kalsinasi kalsium karbonat ($CaCO_3$) pada suhu $850^\circ C$ selama 6 jam, di mana reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Persamaan 2.6 (Munawaroh and Muharrami 2018).

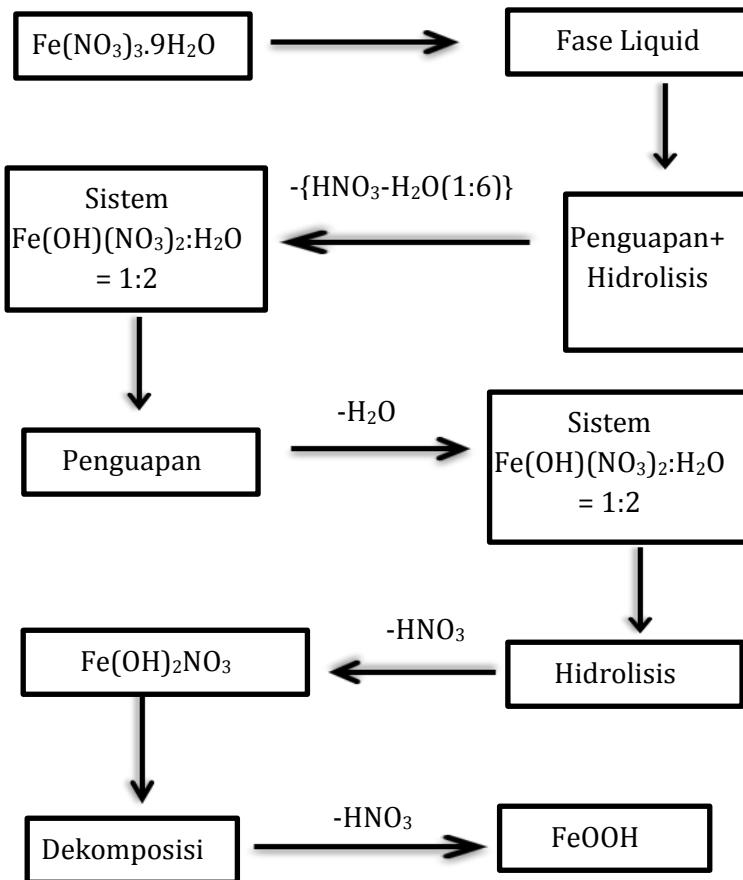


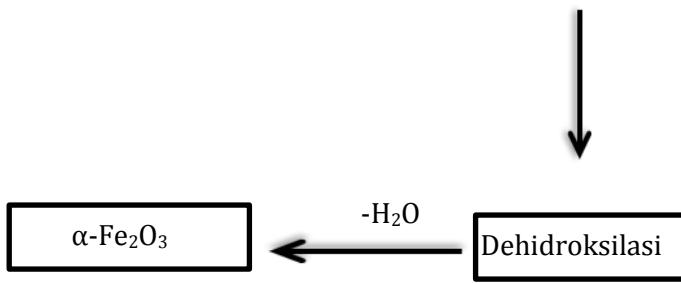
CaO merupakan basa yang dikenal memiliki kemampuan katalitik baik pada proses transesterifikasi. CaO juga banyak digunakan di industri sebagai agen katalitik karena mampu menghilangkan senyawa toksik pada limbah (Raba, Jose, and Ortega 2016). Katalis ini telah banyak dibuktikan mampu mengkatallis proses pembuatan biodiesel dengan baik. Katalis CaO juga memiliki keunggulan di antaranya aktivitas katalitiknya yang tinggi, kelimpahannya banyak, murah dan awet (Sharma et al. 2018). Namun, CaO merupakan senyawa yang tidak stabil, karena mudah bereaksi dengan gas CO₂ dan H₂O yang ada di udara untuk membentuk karbonat dan hidroksida. Dengan demikian, CaO harus disimpan dengan baik supaya tidak terpapar udara bebas yang dapat menurunkan aktivitasnya (Lam and Lee 2011).

4. Besi (III) oksida (Fe_2O_3)

Besi(III) oksida merupakan oksida logam yang memiliki rumus molekul Fe₂O₃. Fe₂O₃ memiliki berat molekul sebesar 159,687gr/mol. Senyawa ini merupakan senyawa yang tidak berbau dan memiliki warna merah. Fe₂O₃ banyak digunakan sebagai pigmen warna, dan agen untuk menangkal sinar UV. Kegunaan lain dari senyawa ini

adalah sebagai katalis dalam berbagai reaksi kimia (Lanxess 2015). Fe_2O_3 dapat disintesis dengan menggunakan dekomposisi termal dari senyawa $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, pada suhu 75-400°C (K. Wieczorek-Ciurowa and A. J. Kozak 1999). $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ akan terdekomposisi menjadi Fe_2O_3 sesuai Gambar 2.5 (K. Wieczorek-Ciurowa and A. J. Kozak 1999).





Gambar 2. 5 Dekomposisi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_9\text{H}_2\text{O}$ menjadi Fe_2O_3

5. Katalis bifungsional

Katalis bifungsional merupakan katalis yang memiliki situs asam dan juga basa. Katalis bifungsional memiliki keunggulan dalam proses sintesis biodiesel terutama pada bahan yang memiliki kadar asam lemak bebas tinggi, karena katalis bifungsional dapat melakukan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi dalam satu tahap. Selain itu, katalis bifungsional juga mampu mengatasi terjadinya penyabunan pada reaksi. Telah banyak katalis bifungsional yang disintesis untuk proses pembuatan biodiesel di antaranya: K-MCM-41, $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$, $\text{Mo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ - MgO (Ramli et al. 2017; Ezzah-Mahmudah et al. 2016).

Katalis bifungsional dapat disintesis dengan menggunakan beberapa metode, di antaranya adalah impregnasi basah, *co-precipitation*, dan sol-gel. Impregnasi basah merupakan metode yang paling banyak digunakan dalam sintesis katalis. Sintesis katalis bifungsional dengan impregnasi basah dilakukan dengan cara melarutkan kedua prekursor katalis dalam air kemudian diaduk selama kurang lebih 5 jam. Setelah pengadukan dilakukan pengeringan dan dilanjutkan dengan kalsinasi untuk membentuk katalis. Adapun *co-precipitation* dilakukan dengan menggunakan metode yang hampir sama dengan impregnasi basah, hanya saja pada prosesnya dibantu dengan agen pengendap untuk mengendapkan katalis sebelum dikeringkan dan kemudian dikalsinasi (Mansir et al. 2018).

6. Minyak Jarak

Tanaman jarak merupakan tanaman yang banyak di Afrika, India dan Amerika Selatan. Tanaman ini tingginya dapat mencapai 10 meter. Tanaman jarak banyak diambil bijinya untuk mendapatkan minyaknya dan minyak yang dihasilkan dari bijinya disebut dengan minyak jarak. Biji tanaman jarak mengandung protein beracun yang bernama ricin. Dengan proses pemurnian, minyak jarak yang dihasilkan akan terbebas dari protein ini (Audi et al.

2005; Regina et al. 2016). Biji dari tanaman jarak biasanya mengandung 45-50% minyak (Thomas, Matthäus, and Fiebig 2015). Minyak jarak dapat diperoleh dengan cara memeras biji jarak dengan menggunakan alat *hydraulic pressure* maupun dengan ekstraksi menggunakan pelarut (Regina et al. 2016). Sifat fisik dari minyak jarak dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Kazeem et al. 2014).

Tabel 2. 1 Sifat fisik minyak jarak

SIFAT FISIKA	Nilai
Viskositas (mm^2/s)	889,3
Densitas (g/mL)	0,959
Konduktifitas termal ($\text{W}/\text{m}^\circ\text{C}$)	4,727
Kalor jenis spesifik ($\text{kJ}/\text{Kg/K}$)	0,089
Titik nyala ($^\circ\text{C}$)	145
Pour point ($^\circ\text{C}$)	2,7
Titik leleh ($^\circ\text{C}$)	-2 sampai -5
Indeks reflaksi	1,480

Minyak jarak banyak mengandung asam risinoleat (asam 12-hidroksi-9-oktadekenoat) dengan 89% kandungan minyak jarak berisi asam lemak ini dengan struktur yang dapat dilihat pada Gambar 2.5 (Regina et al. 2016), dan sisanya sebanyak 4,2% adalah asam linoleat, asam oleat sebanyak 3%, asam palmitat sebanyak 1%,

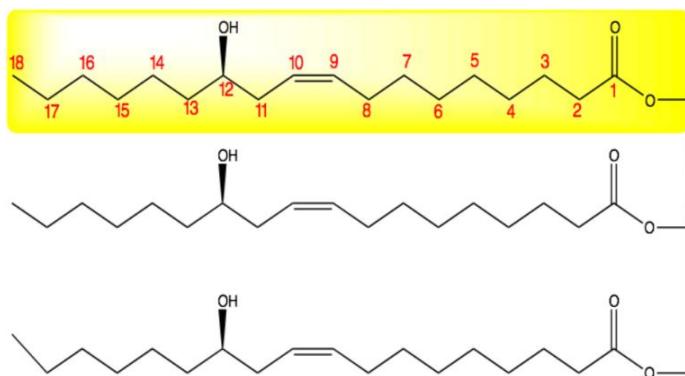
asam stearat 1%, asam dihidroksi stearat 0,7%, asam linoleneat 0,3%. Ikatan hidrogen pada gugus hidroksil pada minyak jarak membuat minyak ini mempunyai viskositas yang tinggi sehingga minyak jarak cocok digunakan sebagai pewarna dan pelumas (Dunford 2012). Komposisi minyak jarak dapat dilihat pada Tabel 2.2 (Panhwar et al. 2019).

Tabel 2. 2 Komposisi minyak jarak

Asam lemak	% kadar
Palmitat C _{16:0}	0,4-0,8
Stearat C _{18:0}	0,8-1,0
Oleat C _{18:1 n9}	2,6-4,3
Oleat C _{18:1 n10}	0,4-0,5
Linoleat	2,8-3,3
Risinoleat	88,1-93,1
Ekosioneat	0,2-1,5
Asam lemak jenuh	1,5-1,7
Asam lemak tak jenuh	98,1-98,9

Minyak jarak mempunyai banyak kegunaan di antaranya sebagai bahan bakar dan bahan baku pembuatan biodiesel. Biji tanaman jarak dikategorikan

sebagai salah satu bahan *non-edible* yang menjanjikan untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel, hal ini dikarenakan hasil panen biji jarak yang besar, tanaman jarak yang mudah tumbuh di berbagai tempat serta tingginya kadar asam lemaknya (Regina et al. 2016).



Gambar 2. 6 Asam risinoleat sebagai komponen utama minyak jarak

B. Kajian Hasil Penelitian yang Relevan

Penelitian tentang sintesis biodiesel dari minyak jarak sudah pernah dilakukan oleh Bojan, Chelladurai, and Durairaj (2011) di mana dengan menggunakan katalis basa, dihasilkan biodiesel sebanyak 80,32% dengan kondisi reaksi: suhu reaksi 61°C, rasio metanol:minyak sebesar 7,28:1, jumlah katalis yang digunakan 2,06% w/w

minyak, dan waktu reaksi selama 90 menit. Lee et al. (2011) juga telah mensintesis biodiesel dengan katalis CaO-MgO dengan kondisi reaksi: rasio metanol:minyak sebesar 38,67:2, waktu reaksinya 3,44 jam, jumlah katalisnya 3,70% dan suhunya 115,87°C didapatkan biodiesel sebanyak 93,55%.

Penggunaan katalis CaO untuk sintesis biodiesel pernah dilakukan oleh Watcharathamrongkul, Jongsomjit, and Phisalaphong (2010) di mana biodiesel dari minyak kedelai disintesis dengan bantuan katalis CaO. Kondisi reaksi yang digunakan: rasio metanol:minyak sebesar 9:1, jumlah katalis yang digunakan sebesar 13,8% massa minyak, waktu reaksinya 10 jam, dan suhunya 70°C didapatkan konversi sebesar 96,3%. Selain Watcharathamrongkul, Jongsomjit, and Phisalaphong (2010), Israa M. Rashid, Atiya, and Hameed (2017) juga telah menggunakan katalis CaO untuk membantu proses sintesis biodiesel dari minyak jelantah. Kondisi reaksi yang digunakan: rasio metanol:minyak sebesar 30:1, jumlah katalis yang digunakan sebesar 3% dari massa minyak, suhu reaksi sebesar 65°C, dengan waktu reaksi 3 jam ,dan didapatkan biodiesel sebesar 96,11%.

Penggunaan katalis bifungsional untuk sintesis biodiesel pernah dilakukan oleh Yono, Usman, and

Wahyuni (2015) di mana katalis bifungsional dari tawas dan abu tandan digunakan, kondisi bahan baku memiliki kadar FFA sebesar 67,4% dan 4,98%, dan didapatkan konversi metil ester masing-masing sebesar 86,17% dan 45,7%. Ramli and Farooq (2015) juga menggunakan katalis bifungsional Mo/ γ -Al₂O₃-CeO₂ di mana katalis ini disintesis dari γ -Al₂O₃-CeO₂ yang diimpregnasi menggunakan ammonium heptamolibdat tertahidrat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O). Adapun biodiesel yang dihasilkan sebanyak 81,1% dengan suhu reaksi 110°C, selama 270 menit, massa katalisnya 7%wt, rasio metanol:minyak sebanyak 30:1. Pan et al. (2018) juga telah mensintesis bifungsional Ca-Boron oksida yang memiliki situs asam basa menggunakan metode sol-gel dalam sintesisnya, katalis yang disintesis mampu menghasilkan bioidiesel dari minyak jarak pagar sebanyak 96%.

Lee, Juan, and Taufiq-Yap (2015) melakukan sintesis biodiesel dari minyak jarak dengan katalis bifungsional CaO-La₂O₃. Hasil biodiesel yang didapatkan sebanyak 98,76% dengan kondisi reaksi berjalan pada suhu 125°C rasio metanol: minyak = 25:1. Penggunaan Katalis Fe₂O₃/CaO untuk mensintesis biodiesel pernah dilakukan oleh Ezzah-Mahmudah et al. (2016). Di mana minyak jelantah digunakan sebagai bahan baku dengan kondisi

reaksi: rasio metanol:minyak sebesar 15:1, suhu 65°C, selama 180 menit dan massa katalis yang digunakan sebanyak 1%wt minyak, dan didapatkan biodiesel sebanyak lebih dari 90%. Selain itu, Priyambudi (2016) juga pernah menggunakan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ untuk sintesis biodiesel. Bahan baku yang digunakan adalah minyak kelapa sawit dengan kondisi reaksi: suhu 65°C, selama 120 menit, rasio metanol:minyak sebesar 8:1, dan massa katalis yang digunakan sebanyak 5%wt minyak, dan konversi FAME sebanyak 80,45%.

Dari penelitian yang telah dilakukan oleh Ezzah-Mahmudah et al. (2016), bahan yang digunakan untuk mensintesis biodiesel adalah minyak jelantah, sedangkan pada penelitian ini menggunakan minyak jarak. Selain itu jumlah rasio metanol:minyak yang digunakan pada penelitian tersebut sebanyak 15:1, sedangkan pada penelitian ini rasio yang digunakan sebanyak 9:1. Pada penelitian yang dilakukan dilakukan oleh Priyambudi (2016) bahan yang digunakan untuk mensintesis biodiesel adalah minyak kelapa sawit dengan menggunakan rasio metanol:minyak sebesar 8:1, sedangkan pada penelitian ini digunakan minyak jarak dengan rasio metanol:minyak sebanyak 9:1. Dilihat dari penelitian-penelitian sebelumnya, sejauh ini belum ada peneliti yang

menggunakan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ sebagai katalis untuk mensintesis biodiesel dari minyak jarak.

Dengan demikian, hipotesis dari penelitian ini adalah “Jika katalis bifungsional $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dapat digunakan pada konversi biodiesel dari minyak kelapa sawit (Priyambudi 2016), dan minyak jelantah (Ezzah-Mahmudah et al. 2016), maka katalis ini juga dapat digunakan untuk konversi biodiesel dari minyak jarak. Selain itu sifat dan aktivitas dari katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ akan sedikit berbeda dibandingkan dengan katalis CaO , hal ini dikarenakan adanya penambahan Fe_2O_3 pada katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ yang menyebabkan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ memiliki sisi asam, sehingga memiliki sifat dan performa yang sedikit berbeda dibandingkan dengan katalis CaO ”. Kelebihan minyak jarak dibanding kelapa sawit adalah minyak jarak merupakan *non-edible oil*.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium kimia UIN Walisongo Semarang dan dilaksanakan pada tahun 2020-2021.

B. Alat dan Bahan

1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini di antaranya adalah metanol 99,8% (p.a, Merck), n-heksana 99% (p.a, Merck), asam klorida 37% (p.a, Merck), minyak jarak didapatkan dari Toko kimia pertanian Jrakah, indikator Bromotimol biru (BTB), ammonia pekat (p.a, Merck), indikator Fenolftalen (PP), Kalium hidroksida 85% (p.a, Merck), Asam Oksalat (p.a, Merck), batu kapur yang dibeli dari toko material Sukasari, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 99% (p.a, Merck), dan akuades.

2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas di laboratorium, Neraca analitik, *magnetic stirrer*, oven, *Furnace*, *Rotary evaporator*,

X-Ray Diffraction (XRD, Shimadzu-6100), Fourier Transform Infra Red (FTIR, IRTracer-100), X-Ray Flourescence (XRF, ECX-7000).

C. Metode

1. Preparasi CaO

30 g batu kapur dipanaskan di dalam *furnace* dengan suhu 800°C selama 6 jam untuk mendapatkan CaO (Suprapto et al. 2016). CaO hasil kalsinasi lalu diuji dengan instrumen XRD dan XRF.

2. Pembuatan katalis bifungsional dengan menggunakan metode impregnasi basah

Katalis Fe₂O₃/CaO disintesis dengan menggunakan metode impregnasi basah 18,6 g CaO yang telah diproduksi dari kalsinasi batu kapur dilarutkan dalam akuades, setelah itu ditambahkan larutan Fe(NO₃)₃.9H₂O (yang perhitungan jumlah Fe(NO₃)₃.9H₂O yang dilarutkan ditampilkan dalam lampiran) secara perlahan (persentase Fe₂O₃ sebanyak 7%Wt CaO). Setelah itu campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam pada suhu 80°C. Kemudian larutan dikeringkan dan dikalsinasi pada

suhu 900°C selama 3 jam (Ezzah-Mahmudah et al. 2016; M. Ismail, Liu, and Scott 2014).

3. Karakterisasi katalis bifungsional

a) Perhitungan keasaman katalis

Katalis bifungsional $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ diukur keasamannya dengan metode gravimetri penyerapan ammonia. Cawan porselein dipanaskan pada suhu 120°C selama 1 jam, kemudian ditimbang massanya (W_1), lalu 0,5 gram katalis dimasukkan ke dalam cawan porselein dan dipanaskan pada suhu 120°C selama 1 jam kemudian ditimbang massanya (W_2). Setelah itu cawan porselein yang sudah berisi katalis dimasukkan ke dalam desikator yang sudah dijenuhkan dengan larutan ammonia pekat sebanyak 3 ml dan didiamkan selama 24 jam. Selanjutnya massa cawan porselein beserta katalisnya ditimbang sebagai massa (W_3) dan tingkat keasaman katalis dapat dihitung dengan rumus yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1 (Lestari, Sundaryono, and Elvia 2019).

$$K = \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1) \times M} \times 1000 \frac{\text{mmol}}{\text{g}} \quad (3.1)$$

di mana

K= Tingkat keasaman (mmol/g)

M = Massa Molar ammonia

b) Perhitungan kebasaan katalis

Perhitungan kebasaan katalis dapat dilakukan dengan metode titrasi asam benzoat. 0,1 gr katalis dicampur dengan 2 ml indikator BTB (0,1 mg indikator BTB dalam 1 ml metanol). Kemudian larutan ini dititrasi dengan asam benzoat 0,1M dalam pelarut metanol. Kebasaan dihitung menggunakan rumus pada Persamaan 3.2 (Giraldo 2014).

$$\text{kebasaan}(\text{mmol.g}^{-1}) = \frac{(V \times C) \text{asam benzoat}}{W \text{katalis}} \quad (3.2)$$

Keterangan :

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

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

W = massa katalis yang diuji (g)

- c) Karakterisasi katalis menggunakan spektrofotometer FTIR

Katalis CaO dan Fe_2O_3/CaO hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen spektrofotometer FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada katalis.

- d) Karakterisasi katalis menggunakan XRF

Katalis CaO hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRF untuk mengetahui kandungan senyawa dan kadarnya.

- e) Karakterisasi katalis menggunakan XRD

Katalis CaO dan Fe_2O_3/CaO hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD untuk mengetahui kristalinitas dari katalis.

4. *Pretreatment minyak jarak*

Minyak jarak dipanaskan pada suhu 105°-110°C untuk menghilangkan air yang ada di dalam minyak (Harabi et al. 2019). Setelah itu, bilangan asam

ditentukan menggunakan metode titrasi. 2 gram sampel dilarutkan dalam 30 ml etanol, lalu campuran dipanaskan dalam *water bath* selama 2 menit. Selanjutnya diberi indikator PP dan dititrasi dengan KOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda (S. A. E. A. Ismail and Ali 2015). Untuk menghitung bilangan dapat digunakan rumus pada Persamaan 3.3 (Sistani, Saghatoleslami, and Nayebzadeh 2018).

$$\text{bilangan asam} \left(\frac{\text{mg KOH}}{\text{g}} \right) = \frac{V \cdot \text{KOH} \times N \cdot \text{KOH} \times 56,11}{W} \quad (3.3)$$

Keterangan

V.KOH= volume KOH yang dibutuhkan untuk titrasi
(mL)

N.KOH= normalitas KOH

W= massa minyak yang dititrasi (g)

Untuk menghitung kadar FFA sebagai asam oleat yang ada pada minyak dapat digunakan rumus pada Persamaan 3.4 (Densi Selpia Sopianti, Herlina 2017).

$$\% \text{FFA} (\text{sebagai asam oleat}) = \frac{V \cdot \text{KOH} \times N \cdot \text{KOH} \times 282,47}{m \cdot \text{sampel minyak} \times 10} \quad (3.4)$$

Keterangan

V.KOH= Volume KOH yang dibutuhkan (mL)

N.KOH= Normalitas KOH

m.sampel minyak= massa minyak yang digunakan (g)

5. Sintesis biodiesel

Metanol dan minyak jarak dimasukkan ke dalam reaktor botol reagen sekrup dengan perbandingan mol 9:1. Selanjutnya, katalis bifungsional $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ seberat 1,5% dari massa minyak dimasukkan ke dalam reaktor botol reagen sekrup dan dipanaskan pada suhu 70°C sambil diaduk dengan kecepatan 60 rpm selama 3 jam. Perlakuan yang sama dilakukan untuk sintesis biodiesel menggunakan CaO di mana katalis CaO diambil sebanyak 1,5% wt minyak dan metanol yang ditambahkan sebanyak 9:1 rasio metanol:minyak (Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Nisar et al. 2017).

6. Pemisahan biodiesel dari produk samping

Setelah proses sintesis biodiesel selesai, campuran hasil sintesis dipisahkan dari katalis dengan cara dekantasi. Setelah itu diberi HCl dan n-heksana dan kemudian diaduk selama 15 menit. Kemudian larutan dipisahkan dengan corong pisah dan diambil lapisan atasnya. Setelah itu campuran yang sudah diambil diuapkan menggunakan *rotary evaporator* hingga tidak ada gelembung uap lagi.

Produk kemudian dianalisis menggunakan GC-MS (Suprapto et al. 2016; Fitriyana and Kadarwati 2012).

7. Menghitung persen FAME yang dihasilkan

%FAME yang dihasilkan dapat dicari dengan menggunakan rumus pada Persamaan 3.5 (Maneerung et al. 2016).

$$\%FAME = \left(\frac{\Sigma A - A_{is}}{A_{is}} \right) \left(\frac{C_{is}V_{is}}{m} \right) \times 100 \quad (3.5)$$

Keterangan:

ΣA = Jumlah area semua puncak dari C_{14:0} sampai dengan C_{24:1}

A_{is} = Area puncak dari metil heptadekanoat yang dijadikan sebagai standar internal

C_{is} = konsentrasi dari metil heptadekanoat (g/mL)

V_{is} = volume metilheptadekanoat (ml)

m = massa sampel (mg).

8. Menghitung persen yield biodiesel yang dihasilkan

Biodiesel yang dihasilkan dihitung dalam jumlah %biodiesel dengan rumus pada Persamaan 3.5 (Rabie et al. 2019).

$$\%yield = \frac{massa\ produk\ hasil\ evap \times \%FAME}{massa\ minyak} \times 100\% \quad (3.5)$$

Dengan % FAME dihitung menggunakan instrumen GC-MS.

9. Massa jenis biodiesel dan konversi kadar FFA

Biodiesel dihitung menggunakan piknometer dengan rumus pada Persamaan 3.6.

$$\text{massa jenis biodiesel } (\text{g}/\text{mL}) = \frac{m_2 - m_1}{v}$$

Keterangan:

M_2 = massa piknometer berisi biodiesel (g)

M_1 = massa piknometer kosong (g)

V= volume piknometer (mL)

Konversi FFA dapat dihitung dengan menggunakan rumus pada Persamaan 3.7.

$$\% \text{konversi} = \frac{\% \text{FFA minyak jarak} - \% \text{FFA biodiesel}}{\% \text{FFA minyak jarak}} \times 100\%$$

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

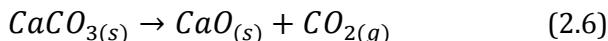
A. Deskripsi Hasil Penelitian

1. Sintesis dan karakterisasi katalis CaO dan katalis

$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

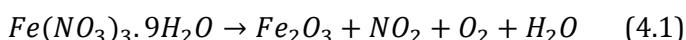
a. Sintesis Katalis CaO dan Katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

CaO dapat disintesis dari berbagai prekursor seperti kalsium asetat monohidrat, kalsium nitrat, kalsium hidroksida dan kalsium karbonat. Pada penelitian ini CaO disintesis dari batu kapur. Untuk memperoleh CaO dari batu kapur, yang pertama dilakukan adalah mencuci batu kapur dengan air, setelah itu batu kapur ditumbuk sampai halus, baru kemudian di kalsinasi pada suhu 800°C selama 6 jam (Suprapto et al. 2016). Pada proses kalsinasi batu kapur yang 92%-98% mengandung CaCO_3 akan terdekomposisi menjadi CaO sesuai Persamaan 2.6 (Munawaroh and Muharrami 2018).



CaO hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, XRF, dan FTIR.

Katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ disintesis dengan menggunakan metode impregnasi. Metode impregnasi merupakan metode yang mudah dilakukan untuk mendapatkan katalis yang disupport oleh katalis lain. Sintesis katalis dengan menggunakan metode impregnasi dilakukan dengan melarutkan 18,6 g CaO hasil kalsinasi dan 7,0836 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan akuades secara terpisah. Setelah itu kedua larutan dicampur dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam dengan temperatur 80°C. Selanjutnya larutan dikeringkan dengan oven dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu 900°C selama 3 jam (Ezzah-Mahmudah et al. 2016). Proses kalsinasi menyebabkan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ terdekomposisi menjadi CaO dan Fe_2O_3 sesuai Reaksi 4.1 (Müller, Villalba, and Anaissi 2014) dan Reaksi 4.2 (Murthy, Raghavendrachar, and Sriram 1986)



Menurut Penelitian yang dilakukan oleh (Müller, Villalba, and Anaissi 2014), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ akan mulai terdekomposisi pada suhu 55°C di mana pada suhu tersebut senyawa $[\text{Fe}(\text{OH})(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ mulai terbentuk,

pada suhu 98°C $[Fe(OH)(NO_3)_2 \cdot H_2O]$ mulai terdekomposisi dan membentuk $Fe(OH)_2NO_3$, selanjutnya pemanasan pada suhu 149°C menyebabkan senyawa $Fe(OH)_2NO_3$ terdekomposisi menjadi $FeOOH$, dan akhirnya pada suhu 166°C Fe_2O_3 terbentuk. Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Murthy, Raghavendrachar, and Sriram 1986) $Ca(OH)_2$ akan terdekomposisi menjadi CaO pada suhu 500°C. Dari hasil penelitian yang dilakukan (Müller, Villalba, and Anaissi 2014) dan (Murthy, Raghavendrachar, and Sriram 1986) diharapkan bahwa kalsinasi pada suhu 900°C dapat mengubah seluruh $Ca(OH)_2$ dan $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ menjadi CaO dan Fe_2O_3 . Setelah dilakukan impregnasi dengan menggunakan katalis Fe_2O_3 , terjadi perubahan warna pada katalis CaO dari yang awalnya berwarna putih menjadi berwarna coklat seperti yang dapat dilihat pada lampiran.

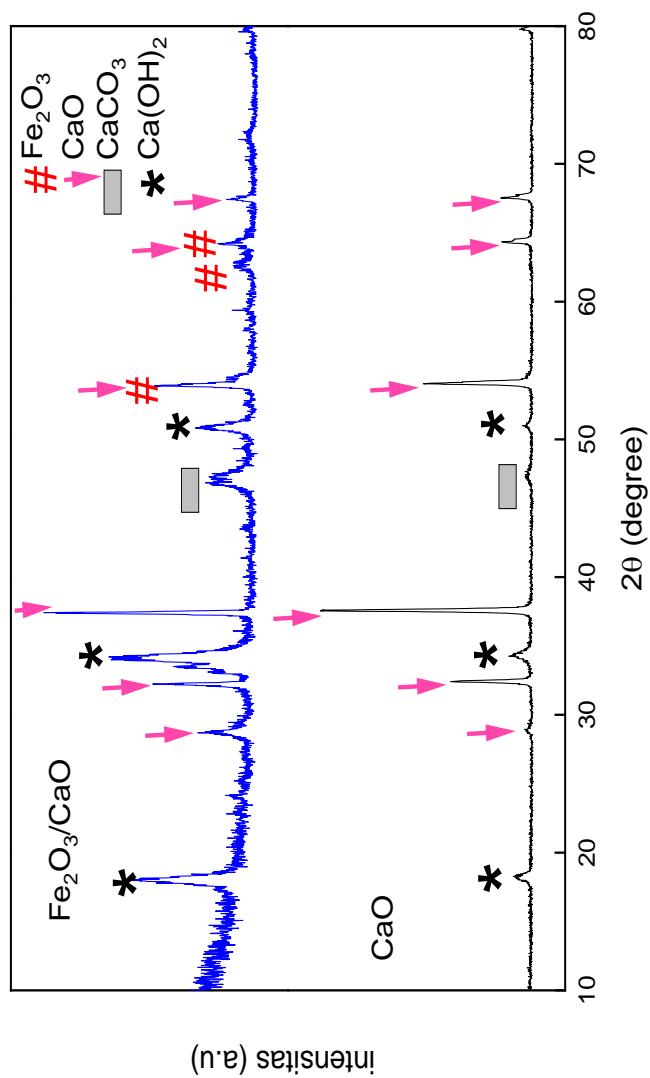
b. Analisis XRD Katalis CaO dan Katalis Fe_2O_3/ CaO

Hasil analisis katalis CaO menggunakan instrumen XRD ditunjukan oleh Gambar 4.1. Berdasarkan hasil difraktogram, puncak spesifik CaO muncul pada sudut 2θ 28,8 32,44°, 37,58°, 54°, 64,33° dan 67,55° yang sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya (Huh et al. 2016; Krishnamurthy, Sridhara, and Ananda Kumar 2020; Ezzah-Mahmudah et al. 2016). Selain puncak yang

mengindikasikan CaO, muncul juga puncak pada sudut $18,13^\circ$, $34,31^\circ$, dan $51,23^\circ$ yang dikaitkan dengan puncak milik Ca(OH)_2 . Sementara puncak $47,24^\circ$ dikaitkan dengan CaCO_3 yang muncul diduga karena CaO juga menyerap karbon dioksida (CO_2) dari udara, hal ini dikarenakan sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Karunadasa et al. 2019), di mana CaCO_3 berdasarkan uji TGA sudah terdekomposisi 100% pada suhu 800°C , sehingga dapat dimungkinkan muncul puncak CaCO_3 akibat dari CaO yang menyerap CO_2 dari udara (Kirubakaran and Arul Mozhi Selvan 2018; Khachani et al. 2014; Huh et al. 2016; Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Weng et al. 2019).

Dilihat dari intensitas pada hasil difraktogram, dapat diketahui bahwa Ca(OH)_2 terbentuk kembali setelah proses kalsinasi mengingat CaO bersifat higroskopis. Dengan demikian, CaO hasil kalsinasi menyerap molekul air yang ada di udara dan membentuk Ca(OH)_2 mengingat pada suhu 500°C Ca(OH)_2 sudah terdekomposisi menjadi CaO (Loy et al. 2016; Murthy, Raghavendrachar, and Sriram 1986). Hasil analisis dengan instrumen XRD menunjukkan bahwa kalsinasi batu kapur pada suhu 800°C selama 6 jam telah berhasil membentuk CaO.

Hasil analisis XRD katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ juga dapat dilihat pada Gambar 4.1. Pada difraktogram dapat dilihat bahwa puncak yang muncul pada katalis CaO muncul kembali pada difraktogram katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dengan tambahan puncak pada sudut $62,65^\circ$ yang merupakan puncak dari Fe_2O_3 di mana menunjukkan bahwa pada suhu 900°C $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ telah berhasil terdekomposisi menjadi Fe_2O_3 . Telah terjadi pergeseran puncak di mana pada katalis CaO terjadi difraksi pada sudut $64,33^\circ$, sedangkan pada katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ difraksi terjadi pada sudut $64,23^\circ$. Hal ini menunjukkan telah terjadi pergeseran sudut sebanyak $0,10^\circ$ yang menunjukkan bahwa penambahan Fe_2O_3 ke dalam katalis CaO telah berhasil dilakukan (Syvinski, W., McCarthy 1990; Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Arganata and Murwani 2017). Dari analisis XRD dapat disimpulkan bahwa Fe_2O_3 sudah berhasil terbentuk dan terimpregnasi ke dalam CaO , hal ini ditunjukkan dengan munculnya puncak Fe_2O_3 pada sudut $62,65^\circ\text{C}$.



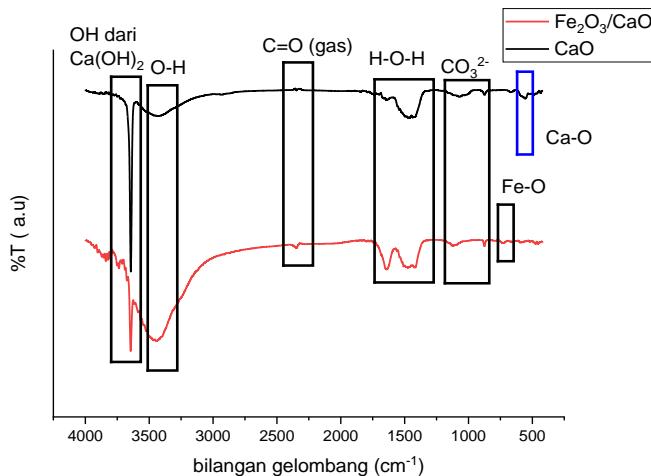
Gambar 4. 1 Difraktogram CaO dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ hasil sintesis

c. Analisis FTIR Katalis CaO dan Katalis Fe₂O₃

Hasil analisis katalis CaO menggunakan FTIR pada Gambar 4.2 menunjukkan serapan kuat pada bilangan gelombang 3643,59 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya OH dari Ca(OH)₂ (Sahu et al. 2017), serapan pada bilangan gelombang 3436 cm⁻¹, 1642 cm⁻¹ dan 1472,62 cm⁻¹ mengkonfirmasi terjadinya vibrasi ulur dari O-H dan H-O-H milik Ca(OH)₂ dan air (Mirghiasi, Bakhtiari, and Darezereshki 2014; Huh et al. 2016; Loy et al. 2016). Muncul puncak kecil pada bilangan gelombang 2345,75 cm⁻¹ yang disebabkan oleh gas CO₂ pada atmosfer. Puncak 1068 cm⁻¹ dan 876 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi dari ion CO₃²⁻ karena CaO dapat menyerap CO₂ dari atmosfer pada suhu ruang (Khachani et al. 2014; Weng et al. 2019). Lebih lanjut vibrasi pada 553,48 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ikatan Ca-O (Mirghiasi, Bakhtiari, and Darezereshki 2014).

Vibrasi lemah pada 725,09 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur ikatan Fe-O (Sulaiman et al. 2018). Dilihat pada dua hasil analisis FTIR dari CaO dan Fe₂O₃/CaO hampir semua puncak yang muncul pada katalis CaO muncul kembali pada katalis Fe₂O₃/CaO dan pada katalis Fe₂O₃/CaO muncul puncak dari ikatan Fe-O. Dari hasil analisis dengan instrumen FTIR dapat disimpulkan bahwa Fe₂O₃ telah berhasil terdispersi ke dalam katalis CaO, hal ini

dibuktikan dengan munculnya vibrasi Fe-O pada bilangan gelombang $725,09\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4. 2 Spektra FTIR katalis CaO dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

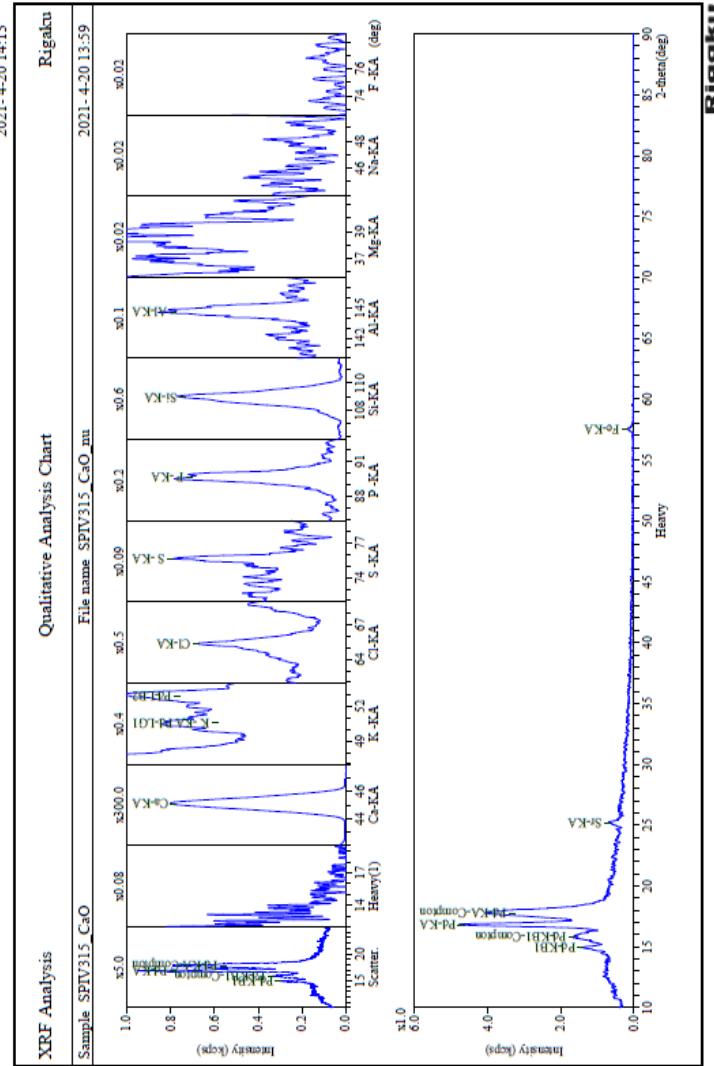
d. Analisis XRF katalis CaO

Hasil XRF pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.3 yang menunjukkan bahwa komposisi utama batu kapur hasil kalsinasi adalah CaO dengan sedikit pengotor berupa Al_2O_3 , SiO_2 , P_2O_5 , SO_3 , Cl , K_2O , CaO , Fe_2O_3 , dan SrO . Sedangkan untuk *component balance* didefinisikan sebagai senyawa-senyawa organik dan atom yang memiliki

bilangan atom kurang dari 11, dalam hal ini dikaitkan dengan keberadaan (OH) dan (CO₃²⁻) karena sifat dari CaO yang menyerap CO₂ dan H₂O dari udara (Karl Wirth 2020; Brouwer 2010; Weng et al. 2019).

Tabel 4. 1 Hasil analisis XRF berdasarkan oksida

Komponen	Hasil	Satuan
Al ₂ O ₃	0,0894	mass%
SiO ₃	0,6239	mass%
P ₂ O ₅	0,1241	mass%
SO ₃	0,0256	mass%
Cl	0,032	mass%
K ₂ O	0,033	mass%
CaO	74,9407	mass%
Fe ₂ O ₃	0,0839	mass%
SrO	0,0143	mass%
Balance	24,0333	mass%
Total	100,0002	mass%



Gambar 4. 3 Spektrum XRF katalis CaO

e. Analisis kebasaan dan keasaman katalis

Katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ hasil sintesis dianalisis kebasaan dan keasamannya. Tujuan dari analisis kebasaan dan keasaman dari katalis adalah untuk mengetahui kekuatan asam maupun basa pada katalis. Untuk pengujian kekuatan basa katalis dilakukan dengan menggunakan metode titrasi Hammet. Pada metode titrasi ini katalis dititrasi menggunakan asam benzoat dan menggunakan indikator *bromothymol blue* (BTB) dalam pelarut metanol (Giraldo 2014). Hasil uji kualitatif dan kuantitatif kebasaan katalis dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4. 2 Hasil uji kuantitatif dan kualitatif kekuatan kebasaan dan keasaman katalis CaO dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

katalis	Uji kualitatif kekuatan basa (Indikator BTB)	Uji kuantitatif kekuatan basa (Titrasi asam benzoat)	Uji Kuantitatif kekuatan asam
CaO	Oranye- Biru	24,2 mmol.g ⁻¹	-
$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$	Oranye-Biru	21,1 mmol.g ⁻¹	7,4 mmol.g ⁻¹

Berdasarkan uji kualitatif, terjadi perubahan warna secara spontan dari oranye menjadi biru yang mana ini menunjukkan bahwa baik katalis CaO maupun katalis Fe₂O₃/CaO memiliki sisi basa (Giraldo 2014). Selain itu pada uji kebasaan secara kuantitatif, dapat dilihat pada Tabel 4.2 bahwa kekuatan basa dari katalis CaO mengalami penurunan setelah diimpregnasi. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang menunjukkan bahwa Fe₂O₃ berhasil diimpregnaskan ke CaO dan menurunkan kebasaan dari CaO karena Fe₂O₃ memiliki sifat asam (Ezzah-Mahmudah et al. 2016).

Analisis keasaman katalis Fe₂O₃/CaO dilakukan untuk mengetahui kekuatan sisi asam katalis setelah diimpregnasi dengan Fe₂O₃. Untuk perhitungan keasaman katalis digunakan analisis gravimetri penyerapan NH₃ (Lestari, Sundaryono, and Elvia 2019). Hasil analisis perhitungan keasaman menunjukkan bahwa katalis Fe₂O₃/CaO memiliki sisi asam dengan kekuatan 7,4 mmol/g.

2. Sintesis Biodiesel dengan Bantuan katalis

Uji aktivitas katalitik dari katalis CaO dan Fe₂O₃/CaO dilakukan dengan mengaplikasikan katalis untuk mensintesis biodiesel dari minyak jarak. Sebelum digunakan, minyak jarak dipanaskan pada suhu 105° C

selama 30 menit untuk menghilangkan kadar airnya, setelah itu dilanjutkan dengan pengujian kadar FFA dan bilangan asam dalam minyak jarak. Pengujian dilakukan dengan menggunakan titrasi dengan KOH (Sistani, Saghatoleslami, and Nayebzadeh 2018). Hasil analisis menggunakan titrasi dengan KOH didapatkan bilangan asam sebesar 3,69 mgKOH/g, dan untuk kadar FFA dalam minyak jarak sebesar 1,858%.

Mengacu pada penelitian yang telah dilakukan Nisar et al. (2017), pada penelitian ini digunakan rasio mol antara metanol dan minyak sebesar 9:1. Mengacu pada penelitian Nisar et al. (2017), Ezzah-Mahmudah et al. (2016), dan Nur Syazwani et al. (2017), waktu reaksi yang digunakan sebanyak 3 jam dengan suhu reaksi sebesar 70°C. Sesuai dengan penelitian Ezzah-Mahmudah at al (2016), pada penelitian ini jumlah katalis yang digunakan sebanyak 1,5% dari massa minyak. Sintesis yang dilakukan pada penelitian ini dilakukan di botol reagen sekrup 100ml dengan diberi pengaduk magnet serta dipanaskan menggunakan pemanas. Reaksi transesterifikasi dan esterifikasi digunakan untuk mensintesis biodiesel dari minyak jarak dengan bantuan katalis CaO dan katalis Fe₂O₃/CaO.

- a. Sintesis biodiesel melalui proses transesterifikasi dengan bantuan katalis CaO

Salah satu cara mensintesis biodiesel adalah dengan menggunakan reaksi transesterifikasi. Dalam proses transesterifikasi katalis CaO digunakan untuk meningkatkan laju reaksi dan metanol berlebih diberikan untuk menggeser kesetimbangan kimia ke arah produk, hal ini dikarenakan pada proses transesterifikasi reaksi yang berlangsung adalah reaksi reversibel seperti pada Gambar 2.1 (Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Mansir et al. 2018). Mekanisme reaksi transesterifikasi yang dibantu oleh katalis CaO dapat dilihat pada Gambar 2.2, di mana katalis CaO akan membentuk gugus metoksi dan kemudian gugus metoksi akan menyerang gugus karbonil pada trigliserida untuk membentuk biodiesel .

- b. Sintesis biodiesel melalui reaksi simultan esterifikasi dan transesterifikasi menggunakan katalis bifungsional 7% Fe₂O₃/CaO

Pada penelitian ini, katalis bifungsional Fe₂O₃/CaO digunakan untuk mensintesis biodiesel, di mana katalis CaO berperan dalam reaksi transesterifikasi yang mekanisme reaksinya dapat

dilihat pada Gambar 2.2. Penambahan Fe_2O_3 pada katalis CaO menyebabkan katalis memiliki sisi asam. Dengan adanya sisi asam menyebabkan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ juga dapat melakukan reaksi esterifikasi (Ezzah-Mahmudah et al. 2016). Mekanisme reaksi esterifikasi yang dibantu oleh katalis Fe_2O_3 dapat dilihat pada Gambar 2.4 di mana katalis asam akan membantu pembentukan metoksi dan membantu menyediakan tempat terjadinya reaksi intramolekuler antara gugus metoksi dengan gugus karbonil sehingga, metil ester dapat terbentuk (Sharma et al. 2018).

Setelah sintesis biodiesel pada botol reagen sekrup selesai, terbentuk dua lapisan dengan lapisan atas sebagai biodiesel dan lapisan bawah sebagai gliserol dan katalis. Campuran ini dipisahkan dengan metode gravitasi menggunakan corong pisah untuk memisahkan biodiesel dengan gliserol. Selanjutnya biodiesel dicuci dengan larutan HCl 2 M dan n-heksana. Penambahan HCl untuk membersihkan sisa CaO yang masih ada di dalam biodiesel dengan membentuk CaCl_2 dan H_2O , n-heksana digunakan untuk melarutkan senyawa organik yang ada sehingga bisa terpisah dari lapisan air. Lapisan air

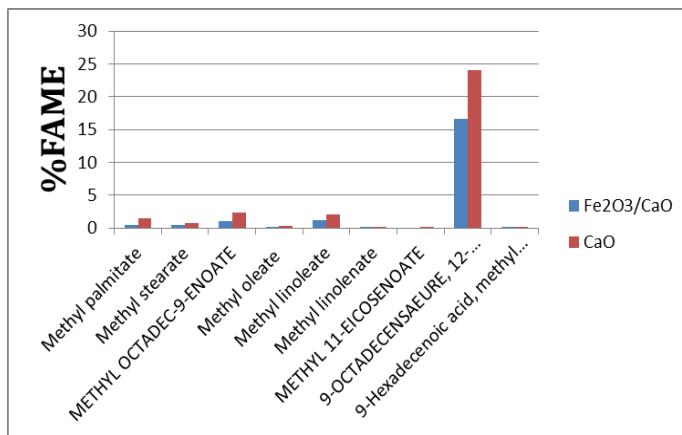
dipisahkan dengan corong pisah dan lapisan n-heksana diuapkan menggunakan *rotary evaporator* sehingga produk biodiesel sudah selesai didapatkan (Suprapto et al. 2016; Fitriyana and Kadarwati 2012).

B. Pembahasan Hasil Penelitian

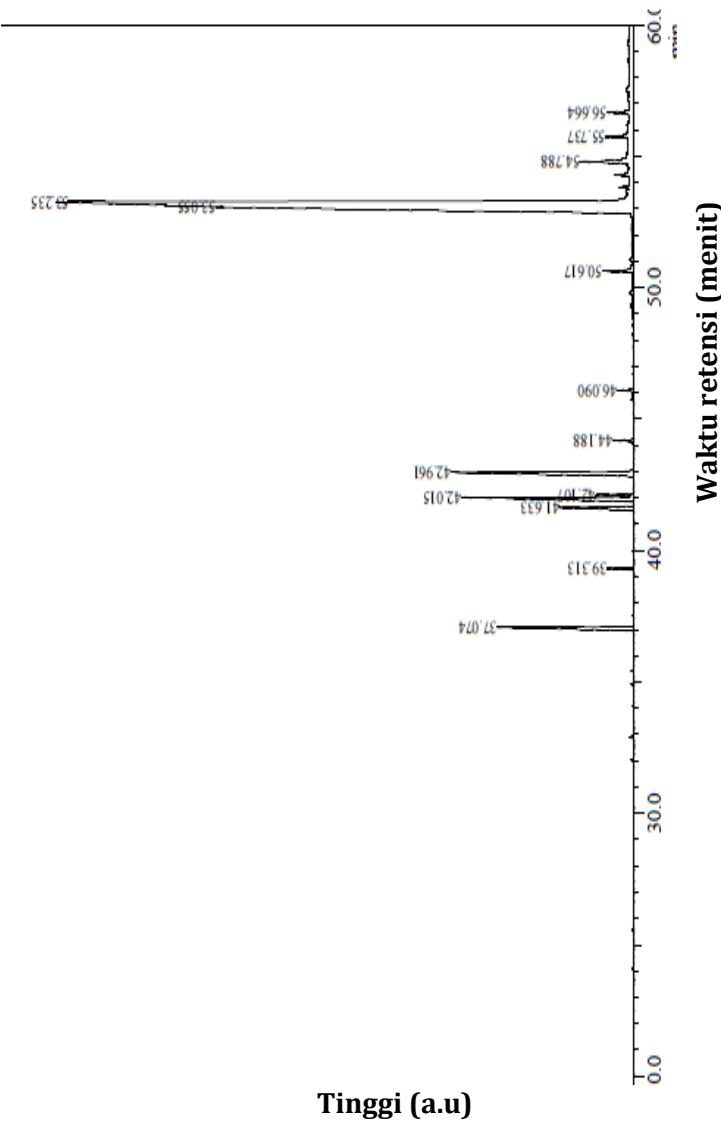
1. Analisis Kandungan FAME, %FAME dan %Yield

Biodiesel hasil sintesis baik dengan katalis CaO dan katalis Fe₂O₃ dianalisis menggunakan instrumen GC-MS untuk mengkonfirmasi keberadaan senyawa *fatty acid methyl ester* (FAME). Hasil kromatogram GC-MS dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan 4.6. Hasil analisa menunjukkan bahwa senyawa metil ester baik yang dikatalis CaO maupun Fe₂O₃/CaO sudah berhasil terbentuk dengan daftar senyawa yang terbentuk dan %FAME yang ditampilkan pada lampiran. Berdasarkan Gambar 4.4, dapat dilihat bahwa metil ester yang dominan adalah metil risinoleat. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Canoira and Garcı (2010) di mana kandungan senyawa metil ester hasil sintesis dari minyak jarak adalah metil risinoleat. Sedangkan senyawa metil ester yang lain dimungkinkan sebagai hasil esterifikasi asam lemak lain terkandung dalam minyak jarak, karena minyak

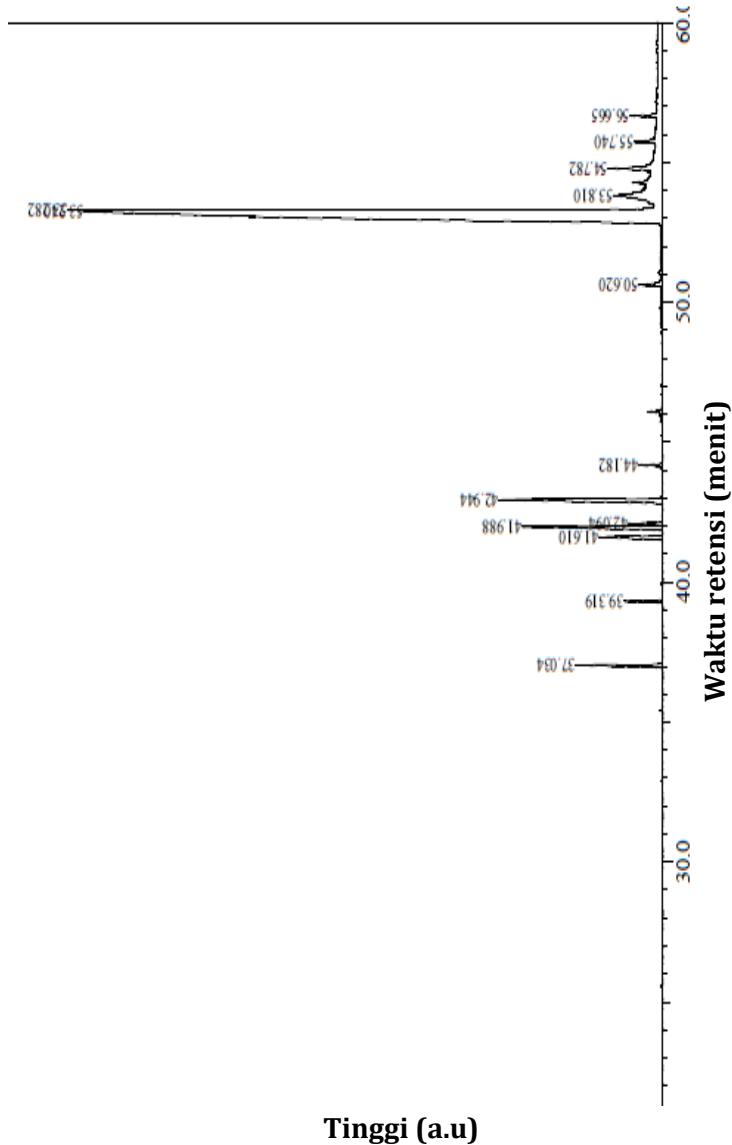
jarak mengandung berbagai macam asam lemak (Panhar et al. 2019).



Gambar 4. 4 Perbandingan %FAME antara $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dengan CaO



Gambar 4. 5 Kromatogram biodiesel dengan katalis CaO



Gambar 4. 6 Kromatogram biodiesel dengan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

Dari Gambar 4.4 dan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa untuk %FAME dan %yield biodiesel yang dihasilkan oleh katalis CaO lebih besar dibandingkan yang dihasilkan oleh katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$. Hal ini diperkirakan terjadi karena keberadaan $\text{Ca}(\text{OH})_2$, mengingat katalis CaO bersifat higroskopis (Guo et al. 2019). CaO sebenarnya mempunyai aktivitas katalitik yang baik dalam mengkatalis reaksi transesterifikasi, hal ini dibuktikan dengan hasil FAME pada katalis CaO yang tinggi. Akan tetapi pada katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ hasil FAME yang didapatkan jumlahnya lebih sedikit, hal ini dikaitkan dengan keberadaan $\text{Ca}(\text{OH})_2$. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ memiliki aktivitas katalitik yang rendah untuk melakukan transesterifikasi seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Kouzu et al. (2008) dan Watcharathamrongkul, Jongsomjit, and Phisalaphong (2010), di mana pada reaksi transesterifikasi menggunakan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ %FAME yang didapatkan sangat sedikit yang menandakan bahwa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ mempunyai aktivitas katalitik yang rendah dalam mengkatalis reaksi transesterifikasi. Keberadaan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ juga dapat menutupi area permukaan katalis sehingga mengurangi dan mengganggu aktivitas katalis CaO dalam melakukan reaksi transesterifikasi

dan mengakibatkan hasil FAME pada katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ lebih sedikit dibandingkan dengan Katalis CaO (Watcharathamrongkul, Jongsomjit, and Phisalaphong 2010).

Pada Tabel 4.3 dapat dilihat meskipun katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ memiliki %FAME dan %yield yang lebih sedikit, akan tetapi katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ memiliki kemampuan menurunkan kadar FFA lebih baik dibandingkan dengan katalis CaO . Hal ini dikaitkan dengan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ yang memiliki sisi asam yaitu Fe_2O_3 , sehingga membuat katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dapat menjalankan reaksi esterifikasi dengan lebih baik karena Fe_2O_3 bertindak sebagai katalis asam yang mekanisme reaksinya dijelaskan pada Gambar 2.4 dan mengakibatkan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ mempunyai kemampuan menurunkan kadar FFA yang lebih baik dibandingkan dengan katalis CaO (Ezzah-Mahmudah et al. 2016).

Berdasarkan tabel 4.3, dapat dilihat bahwa %FAME yang dihasilkan sedikit, hal ini disebabkan karena dalam pembuatan biodiesel ada beberapa parameter penting yang harus diperhatikan untuk meningkatkan FAME yang dihasilkan.

Parameter-parameter itu di antaranya adalah rasio molar antara minyak dengan metanol, banyaknya katalis yang ditambahkan, waktu dan suhu reaksi (Mansir et al. 2018). Rasio molar antara minyak dan katalis merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi hasil dari FAME yang dihasilkan. Hal ini disebabkan baik dalam proses esterifikasi maupun transesterifikasi biodiesel dihasilkan dari reaksi antara metanol dengan trigliserida maupun asam lemak. Secara teori dibutuhkan 3 mol metanol untuk bereaksi dengan trigliserida dalam proses transesterifikasi. Akan tetapi pada kenyataannya, dibutuhkan lebih dari 3 mol untuk menghasilkan biodiesel dalam jumlah banyak. Hal ini disebabkan pada sintesis biodiesel, reaksinya adalah reaksi reversibel sehingga sesuai dengan hukum kesetimbangan reaksi untuk menggeser reaksi ke hasil, dibutuhkan metanol berlebih (Ezzah-Mahmudah et al. 2016; Mansir et al. 2018).

Selain rasio mol antara metanol dan minyak, waktu dan suhu reaksi juga menjadi parameter yang dapat meningkatkan FAME yang dihasilkan. Berdasarkan penelitian Nisar et al. (2017) dan Nur Syazwani et al. (2017), jumlah biodiesel akan

meningkat pada suhu reaksi antara 70°-80°C. Hal ini disebabkan karena molekul-molekul metanol dan minyak sudah memiliki energi kinetik yang cukup pada suhu tersebut sehingga meningkatkan terjadinya reaksi antara katalis, minyak, dan metanol. Parameter lainnya yang mempengaruhi jumlah FAME yang dihasilkan adalah jumlah katalis yang ditambahkan. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan Nisar et al. (2017) dan Ezzah-Mahmudah et al. (2016), jumlah katalis yang terlalu banyak bisa menimbulkan gangguan difusi pada proses percampuran sehingga hasil FAME yang didapatkan berkurang.

Tabel 4.3 Hasil analisis %Yield, %FAME dan %penurunan kadar FFA

katalis	%yield biodiesel	%FAME	%Penurunan kadar FFA
CaO	27,317	31,496	44,8%
Fe ₂ O ₃ /CaO	18,61	20,03	71,35%

2. Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dan Bilangan Asam

Kadar asam lemak bebas (FFA) dan bilangan asam dari biodiesel ditentukan untuk mengetahui seberapa efektif katalis dalam mengurangi kadar FFA.

Untuk menghitung kadar asam lemak bebas digunakan metode titrasi asam basa menggunakan indikator fenolftalein (PP) dan dititrasi menggunakan KOH. Hasil analisis kadar asam lemak bebas dan bilangan asam dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa terjadi penurunan bilangan asam dan kadar FFA baik dari biodiesel yang disintesis dengan menggunakan katalis CaO dan katalis Fe₂O₃/CaO. Terjadi penurunan kadar kadar FFA pada biodiesel yang dikatalis CaO sebesar 44,8% dan pada biodiesel yang dikatalis Fe₂O₃/CaO penurunannya sebesar 71,35%.

Telah diketahui bahwa katalis Fe₂O₃/CaO memiliki hasil %FAME dan %yield yang lebih rendah dibandingkan dengan katalis CaO, di mana diperkirakan karena keberadaan Ca(OH)₂ yang mengganggu reaksi transesterifikasi. Akan tetapi, dilihat dari Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa katalis Fe₂O₃/CaO memiliki kemampuan menurunkan kadar FFA yang lebih baik dibandingkan katalis CaO. Hal ini dikarenakan katalis Fe₂O₃/CaO memiliki sisi asam yaitu Fe₂O₃. Keberadaan Fe₂O₃ inilah yang dapat membuat katalis Fe₂O₃/CaO mempunyai kemampuan

menurunkan kadar FFA yang lebih baik dibandingkan katalis CaO karena Fe_2O_3 dapat membantu proses esterifikasi. Pada penelitian ini katalis CaO memiliki aktivitas katalitik dalam menghasilkan FAME dan yield yang lebih baik dibandingkan dengan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$. Sedangkan pada parameter penurunan kadar FFA, katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ lebih unggul dibandingkan dengan katalis CaO karena katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dapat melakukan reaksi esterifikasi sementara katalis CaO tidak.

Berdasarkan hasil analisis, dapat disimpulkan bahwa katalis CaO dan katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ berhasil digunakan untuk mensintesis biodiesel dari minyak jarak, hal ini dibuktikan dengan data dari analisis GC-MS yang menunjukkan adanya kandungan FAME pada biodiesel. Katalis CaO maupun katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ dalam penelitian ini menunjukkan performa yang cukup baik dalam mengkatalis sintesis biodiesel.

Tabel 4. 4 Hasil analisis kadar asam lemak bebas dan bilangan

Jenis bahan	Kadar asam lemak bebas (FFA)	Bilangan asam (mgKOH/g)	Persen penurunan kadar FFA
Minyak jarak	1,858%	3,692	-
Biodiesel dengan katalis CaO	1,021%	2,028	44,8%
Biodiesel dengan Katalis Fe ₂ O ₃ /CaO	0,53%	1,054	71,35%

3. Densitas

Densitas dari biodiesel yang dihasilkan dihitung untuk mengetahui apakah biodiesel yang dihasilkan sudah sesuai dengan standar SNI biodiesel atau

belum. Perhitungan densitas dilakukan dengan menggunakan piknometer pada suhu ruang. Hasil pengukuran massa jenis dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Berdasarkan Tabel 4.5, dapat dilihat bahwa biodiesel yang dihasilkan baik katalis CaO maupun katalis Fe₂O₃/CaO memiliki nilai densitas di atas standar SNI yang nilainya 0,890 g/mL (Badan Standarisasi Nasional 2015) di mana nilai densitas yang dihasilkan oleh katalis CaO dan katalis Fe₂O₃/CaO masing-masing nilainya 0,892 g/mL dan 0,902 g/mL

Biodiesel	Densitas (g/ml)
SNI-7182:2015	0,850 – 0,890
Katalis CaO	0,892
Katalis Fe ₂ O ₃ /CaO	0,902

Tabel 4. 5 Hasil pengukuran densitas biodiesel

BAB V

SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan

1. Katalis CaO dan katalis 7%wt Fe₂O₃/CaO telah berhasil disintesis. Hal ini ditunjukkan pada pola difraktogram dan spektrum IR terdapat puncak-puncak khas milik katalis CaO dan katalis 7%wt Fe₂O₃/CaO. Analisis kebasaan katalis menunjukkan bahwa katalis CaO memiliki kekuatan basa sebanyak 24,2 mmol.g⁻¹. Sedangkan katalis 7%wt Fe₂O₃/CaO memiliki kekuatan basa sebesar 21,1 mmol.g⁻¹ dan memiliki kekuatan asam sebesar 7,4 mmol.g⁻¹ hal ini menunjukkan bahwa katalis 7%wt Fe₂O₃/CaO memiliki sisi asam dan sisi basa.
2. Uji aktivitas katalitik katalis CaO dan katalis 7%wt Fe₂O₃/CaO dilakukan dengan menggunakan katalis CaO dan katalis 7%wt Fe₂O₃/CaO sebagai katalis dalam sintesis biodiesel. Dari hasil analisis GC-MS didapatkan hasil %FAME yang dihasilkan katalis CaO sebanyak 31,49% dan %yield yang dihasilkan sebanyak 27,31%, sedangkan untuk katalis 7%wt

$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$, %FAME yang dihasilkan sebanyak 20,03% dan %yield sebanyak 18,61%. Selain itu biodiesel hasil sintesis dengan katalis CaO menunjukkan penurunan jumlah asam lemak bebas sebanyak 44,8%, sedangkan untuk katalis 7%wt $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ menunjukkan penurunan sebanyak 71,35%. Dengan demikian katalis CaO memiliki aktivitas katalitik yang lebih baik, akan tetapi memiliki kemampuan menurunkan FFA yang lebih rendah dibandingkan katalis bifungsional 7%wt $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$.

3. Biodiesel hasil sintesis dengan bantuan katalis CaO mempunyai karakteristik bilangan asam sebesar 2,028 mgKOH/g, kadar FFA sebesar 1,021% dan densitas sebesar 0,892 g/mL. Sedangkan biodiesel hasil sintesis dengan menggunakan katalis 7%wt $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ mempunyai karakteristik yaitu: mempunyai bilangan asam sebesar 1,05 mg KOH/g, kadar FFA sebesar 0,53% dan densitas sebesar 0,902 g/mL.

B. Saran

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, katalis CaO dan katalis 7%wt $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$ sudah berhasil dilakukan. Akan tetapi perlu dilakukan beberapa hal untuk penelitian selanjutnya agar diperoleh hasil yang lebih baik, di antaranya:

1. Menambahkan analisa adsorpsi gas dengan metode BET untuk mendapatkan informasi mengenai luas permukaan spesifik dan distribusi pori katalis.
2. Perlu ditambahkan metode untuk menghilangkan air dari reaktor setelah proses sintesis selesai, karena dikhawatirkan jika hanya menggunakan refluks saja tidak bisa menghilangkan semua airnya.
3. Sebaiknya dilakukan beberapa variasi waktu reaksi, temperatur reaksi, massa katalis yang ditambahkan dan rasio metanol:minyak yang digunakan. Ini semua dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum.
4. Perlu ditambahkan optimasi rasio antara Fe_2O_3 dan CaO pada katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$
5. Perlu ditambahkan pengujian sintesis biodiesel dengan menggunakan katalis Fe_2O_3 .

DAFTAR PUSTAKA

- Arganata, Mohammad Irfan, and Irmina Kris Murwani. 2017. “Pergeseran 2θ Pada Pola Difraksi Sinar-X Mg1-xNixF1,985(OH)0,015 Akibat Variasi X.” *Jurnal Sains Dan Seni ITS* 6 (2): 1–3.
<https://doi.org/10.12962/j23373520.v6i2.27649>.
- Audi, Jennifer, Martin Belson, Manish Patel, Joshua Schier, and John Osterloh. 2005. “Ricin Poisoning.” *Jama* 294 (18): 2342. <https://doi.org/10.1001/jama.294.18.2342>.
- Aziz, Muchtar. 2010. “BATU KAPUR DAN PENINGKATAN NILAI TAMBAH,” no. April: 116–31.
- Bauddh, Kuldeep, Kripal Singh, Bhaskar Singh, and Rana P. Singh. 2015. “Ricinus Communis: A Robust Plant for Bio-Energy and Phytoremediation of Toxic Metals from Contaminated Soil.” *Ecological Engineering* 84: 640–52.
<https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2015.09.038>.
- Bojan, Sanjay Gandhi, Sam Chelladurai, and Senthil Kumaran Durairaj. 2011. “Response Surface Methodology for Optimization of Biodiesel Production from High FFA Jatropha Curcas Oil.” *International Journal of Green Energy* 8 (6): 607–17.
<https://doi.org/10.1080/15435075.2011.600373>.

- Brouwer, P. 2010. *Theory of XRF*. Almelo: PANalytical BV.
- Almelo: PANalytical BV.
- Canoira, Laureano, and Juan Garcí. 2010. "Fatty Acid Methyl Esters (FAMEs) from Castor Oil : Production Process Assessment and Synergistic Effects in Its Properties" 35: 208–17. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2009.05.006>.
- Chang, Raymond. 2004. *KIMIA DASAR Konsep-Konsep Inti Jilid 2*. Edisi keti. Erlangga.
- Chen, Guan Yi, Rui Shan, Bei Bei Yan, Jia Fu Shi, Shang Yao Li, and Chang Ye Liu. 2016. "Remarkably Enhancing the Biodiesel Yield from Palm Oil upon Abalone Shell-Derived CaO Catalysts Treated by Ethanol." *Fuel Processing Technology* 143: 110–17.
<https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2015.11.017>.
- Colombo, Kamila, Laercio Ender, and António André Chivanga Barros. 2017. "The Study of Biodiesel Production Using CaO as a Heterogeneous Catalytic Reaction." *Egyptian Journal of Petroleum* 26 (2): 341–49.
<https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2016.05.006>.
- Densi Selpia Sopianti, Herlina, Handi Tri Saputra. 2017. "PENETAPAN KADAR ASAM LEMAK BEBAS PADA MINYAK GORENG." *Jurnal Katalisator* 2 (2): 100–105.
<https://doi.org/10.1021/j100341a009>.
- Domka, F, A Basińska, W Przystajko, and R Fiedorow. 1984.

- “SURFACE CHEMISTRY OF Fe₂O₃-Cr₂O₃ AND Fe₂O₃ CATALYSTS.” *Surface Technology* 21: 101–8.
- Dunford, Nurhan Turgut. 2012. *Food and Industrial Bioproducts and Bioprocessing. Food and Industrial Bioproducts and Bioprocessing*. <https://doi.org/10.1002/9781119946083>.
- Ezzah-Mahmudah, S., Ibrahim M. Lokman, Mohd Izham Saiman, and Yun Hin Taufiq-Yap. 2016. “Synthesis and Characterization of Fe₂O₃/CaO Derived from Anadara Granosa for Methyl Ester Production.” *Energy Conversion and Management* 126: 124–31.
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.07.072>.
- Farooq, Muhammad, Anita Ramli, and Duvvuri Subbarao. 2013. “Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Using Bifunctional Heterogeneous Solid Catalysts.” *Journal of Cleaner Production* 59: 131–40.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.06.015>.
- Feng, Yaohui, Benqiao He, Yuhe Cao, Jianxin Li, Meng Liu, Feng Yan, and Xiaoping Liang. 2010. “Biodiesel Production Using Cation-Exchange Resin as Heterogeneous Catalyst.” *Bioresource Technology* 101 (5): 1518–21.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.07.084>.
- Fitriyana, Luluk Amnah, and Sri Kadarwati. 2012. “PRODUKSI BIODIESEL DARI DEDAK PADI (Rice Bran) MELALUI DUA TAHAP REAKSI IN-SITU.” *Indonesian Journal of Chemical*

Science 1 (2).

- Fonseca, Jhessica Marchini, Joel Gustavo Teleken, Vitor de Cinque Almeida, and Camila da Silva. 2019. "Biodiesel from Waste Frying Oils: Methods of Production and Purification." *Energy Conversion and Management* 184 (December 2018): 205–18.
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.01.061>.
- Giraldo, Sonia A. 2014. "Triglyceride Transesterification in Heterogeneous Reaction System with Calcium Oxide as Catalyst Transesterificación de Triglicéridos En El Sistema de Reacción Heterogénea Con Óxido de Calcio Como Catalizador," no. January 2011.
- Guo, Liya, Wenjun Gu, Chao Peng, Weigang Wang, Yong Jie Li, Taomou Zong, Yujing Tang, et al. 2019. "A Comprehensive Study of Hygroscopic Properties of Calcium-and Magnesium-Containing Salts: Implication for Hygroscopicity of Mineral Dust and Sea Salt Aerosols." *Atmospheric Chemistry and Physics* 19 (4): 2115–33.
<https://doi.org/10.5194/acp-19-2115-2019>.
- Harabi, Mariem, Soumaya Neji Bouguerra, Fatma Marrakchi, Loukia P. Chrysikou, Stella Bezergianni, and Mohamed Bouaziz. 2019. "Biodiesel and Crude Glycerol Fromwaste Frying Oil: Production, Characterization and Evaluation of Biodiesel Oxidative Stability with Diesel Blends."

- Sustainability (Switzerland)* 11 (7).
<https://doi.org/10.3390/su11071937>.
- Huh, Jae Hoon, Young Hoon Choi, Chilakala Ramakrishna, Sun Hee Cheong, and Ji Whan Ahn. 2016. "Use of Calcined Oyster Shell Powders as CO₂ Adsorbents in Algae-Containing Water." *Journal of the Korean Ceramic Society* 53 (4): 429–34.
<https://doi.org/10.4191/kcers.2016.53.4.429>.
- Ismail, Mohammad, Wen Liu, and Stuart A Scott. 2014. "The Performance of Fe₂O₃-CaO Oxygen Carriers and the Interaction of Iron Oxides with CaO during Chemical Looping Combustion and H₂ Production" 63: 87–97.
<https://doi.org/10.1016/j.egypro.2014.11.010>.
- Ismail, Samir Abd Elmonem A., and Rehab Farouk M. Ali. 2015. "Physico-Chemical Properties of Biodiesel Manufactured from Waste Frying Oil Using Domestic Adsorbents." *Science and Technology of Advanced Materials* 16 (3).
<https://doi.org/10.1088/1468-6996/16/3/034602>.
- Israa M. Rashid, Mohammed A. Atiya, and B. H. Hameed. 2017. "Production of Biodiesel From Waste Cooking Oil Using Cao-Egg Shell Waste Derived Heterogeneous Catalyst." *International Journal of Science and Research* 6 (11): 94–103. <https://doi.org/10.21275/ART20177723>.
- K. Wieczorek-Ciurowa and A. J. Kozak. 1999. "THE THERMAL

- DECOMPOSITION OF Fe(NO₃)₃.9H₂O." *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 58 (3): 1165–72.
- K Ghosh, Swapan. 2020. "Fossil Fuel Consumption Trend and Global Warming Scenario: Energy Overview." *Global Journal of Engineering Sciences* 5 (2): 3–8.
<https://doi.org/10.33552/gjes.2020.05.000606>.
- Karl Wirth, Macalester College and Andy Barth. 2020. "X-Ray Fluorescence (XRF)." 2020.
https://serc.carleton.edu/research_education/geochemistry/techniques/XRF.html.
- Karunadasa, Kohobhange S.P., C. H. Manoratne, H. M.T.G.A. Pitawala, and R. M.G. Rajapakse. 2019. "Thermal Decomposition of Calcium Carbonate (Calcite Polymorph) as Examined by in-Situ High-Temperature X-Ray Powder Diffraction." *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 134 (January): 21–28.
<https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2019.05.023>.
- Kavitha, V., V. Geetha, and P. Jennita Jacqueline. 2019. "Production of Biodiesel from Dairy Waste Scum Using Eggshell Waste." *Process Safety and Environmental Protection* 125: 279–87.
<https://doi.org/10.1016/j.psep.2019.03.021>.
- Kazeem, Odesanya, Olasheu Taiwo, Adebiyi Kazeem, and Durowoju Mondiu. 2014. "Determination Of Some

- Physical Properties Of Castor (*Ricinus Communis*) Oil." *International Journal of Scientific Engineering and Technology* 1508 (312): 2277–1581.
<https://pdfs.semanticscholar.org/2135/097f6c1aaaf6acdfc40426a6de77a758d2fe5.pdf>.
- Khachani, M., A. El Hamidi, M. Halim, and S. Arsalane. 2014. "Non-Isothermal Kinetic and Thermodynamic Studies of the Dehydroxylation Process of Synthetic Calcium Hydroxide Ca(OH)2." *Journal of Materials and Environmental Science* 5 (2): 615–24.
- Kirubakaran, K., and V. Arul Mozhi Selvan. 2018. "Eggshell as Heterogeneous Catalyst for Synthesis of Biodiesel from High Free Fatty Acid Chicken Fat and Its Working Characteristics on a CI Engine." *Journal of Environmental Chemical Engineering* 6 (4): 4490–4503.
<https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.06.027>.
- Kouzu, Masato, Takekazu Kasuno, Masahiko Tajika, Yoshikazu Sugimoto, Shinya Yamanaka, and Jusuke Hidaka. 2008. "Calcium Oxide as a Solid Base Catalyst for Transesterification of Soybean Oil and Its Application to Biodiesel Production." *Fuel* 87 (12): 2798–2806.
<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2007.10.019>.
- Krishnamurthy, K. N., S. N. Sridhara, and C. S. Ananda Kumar. 2020. "Optimization and Kinetic Study of Biodiesel

- Production from *Hydnocarpus Wightiana* Oil and Dairy Waste Scum Using Snail Shell CaO Nano Catalyst.” *Renewable Energy* 146: 280–96.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.06.161>.
- Kusnandar, Viva Budy. 2019. “Defisit Neraca Minyak Indonesia Kian Melebar.” 2019.
<https://databoks.katadata.co.id/datapublish/2019/09/04/defisit-neraca-minyak-indonesia-kian-melebar>.
- Lam, Man Kee, and Keat Teong Lee. 2011. *Production of Biodiesel Using Palm Oil*. *Biofuels*. 1sted. Elsevier Inc.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385099-7.00016-4>.
- Lanxess. 2015. “Iron Oxide [Fe 2 O 3],” no. August: 2–4.
- Lee, H. V., J. C. Juan, and Y. H. Taufiq-Yap. 2015. “Preparation and Application of Binary Acid-Base CaO-La2O3 Catalyst for Biodiesel Production.” *Renewable Energy* 74: 124–32.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2014.07.017>.
- Lee, H. V., R. Yunus, J. C. Juan, and Y. H. Taufiq-Yap. 2011. “Process Optimization Design for Jatropha-Based Biodiesel Production Using Response Surface Methodology.” *Fuel Processing Technology* 92 (12): 2420–28. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2011.08.018>.
- Lestari, Shinta, Agus Sundaryono, and Rina Elvia. 2019. “Preparasi Dan Karakterisasi Katalis Mo-Ni/HZ Dengan Metode Impregnasi Untuk Cracking Katalitik Minyak

- Limbah Cair Pengolahan Kelapa Sawit Menjadi Bahan Bakar Nabati." *Pendidikan Dan Ilmu Kimia* 3 (1): 91–97.
- Loy, Chee Wah, Khamirul Amin Matori, Way Foong Lim, Siegbert Schmid, Norhazlin Zainuddin, Zaidan Abdul Wahab, Zarifah Nadakkavil Alassan, and Mohd Hafiz Mohd Zaid. 2016. "Effects of Calcination on the Crystallography and Nonbiogenic Aragonite Formation of Ark Clam Shell under Ambient Condition." *Advances in Materials Science and Engineering* 2016.
- <https://doi.org/10.1155/2016/2914368>.
- Ma, Fangrui, and Milford A Hanna. 1999. "Biodiesel Production: A review1Journal Series #12109, Agricultural Research Division, Institute of Agriculture and Natural Resources, University of Nebraska–Lincoln.1." *Bioresource Technology* 70 (1): 1–15. [https://doi.org/10.1016/s0960-8524\(99\)00025-5](https://doi.org/10.1016/s0960-8524(99)00025-5).
- Maneerung, Thawatchai, Sibudjing Kawi, Yanjun Dai, and Chi Hwa Wang. 2016. "Sustainable Biodiesel Production via Transesterification of Waste Cooking Oil by Using CaO Catalysts Prepared from Chicken Manure." *Energy Conversion and Management* 123: 487–97.
- <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.06.071>.
- Manman Mu, Ligong Chen, Yunlong Liu, Wangwang Fang, Yang Li. 2014. "An Efficient Catalyst Fe 2 O 3 / HY for Friedel-

Crafts Acylation of M-Xylene with Benzoyl Chloride." *RSC Advances*.

- Mansir, Nasar, Siow Hwa Teo, Umer Rashid, Mohd Izham Saiman, Yen Ping Tan, G. Abdulkareem Alsultan, and Yun Hin Taufiq-Yap. 2018. "Modified Waste Egg Shell Derived Bifunctional Catalyst for Biodiesel Production from High FFA Waste Cooking Oil. A Review." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 82 (November 2016): 3645–55. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.10.098>.
- Mardhiah, H. Haziratul, Hwai Chyuan Ong, H. H. Masjuki, Steven Lim, and H. V. Lee. 2017. "A Review on Latest Developments and Future Prospects of Heterogeneous Catalyst in Biodiesel Production from Non-Edible Oils." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 67: 1225–36. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.09.036>.
- Marinković, Dalibor M., Jelena M. Avramović, Miroslav V. Stanković, Olivera S. Stamenković, Dušan M. Jovanović, and Vlada B. Veljković. 2017. "Synthesis and Characterization of Spherically-Shaped CaO/Γ-Al₂O₃ Catalyst and Its Application in Biodiesel Production." *Energy Conversion and Management* 144: 399–413. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.04.079>.
- Marwaha, Akshey, Pali Rosha, Saroj Kumar Mohapatra, Sunil Kumar Mahla, and Amit Dhir. 2018. "Waste Materials as

- Potential Catalysts for Biodiesel Production: Current State and Future Scope." *Fuel Processing Technology* 181 (June): 175–86. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.09.011>.
- Math, M. C., Sudheer Prem Kumar, and Soma V. Chetty. 2010. "Technologies for Biodiesel Production from Used Cooking Oil - A Review." *Energy for Sustainable Development* 14 (4): 339–45. <https://doi.org/10.1016/j.esd.2010.08.001>.
- Mello, Vinicius M., Gabriella P.A.G. Pousa, Mírian S.C. Pereira, Ingrid M. Dias, and Paulo A.Z. Suarez. 2011. "Metal Oxides as Heterogeneous Catalysts for Esterification of Fatty Acids Obtained from Soybean Oil." *Fuel Processing Technology* 92 (1): 53–57. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2010.08.019>.
- Mirghiasi, Zahra, Fereshteh Bakhtiari, and Esmaeel Darezereshki. 2014. "Journal of Industrial and Engineering Chemistry Preparation and Characterization of CaO Nanoparticles from Ca (OH)₂ by Direct Thermal Decomposition Method." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20 (1): 113–17. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.04.018>.
- Müller, Marcelo, Juan Carlo Villalba, and Fauze J Anaissi. 2014. "Thermal Decomposition (TG-DTA) of Iron Salts [FeCl₃.6H₂O] and [Fe(NO₃)₃.9H₂O] with Morphologic

- and Chemical Analysis of Final Product." *Semina: Ciências Exatas E Tecnológicas* 35 (1): 9.
<https://doi.org/10.5433/1679-0375.2014v35n1p9>.
- Munawaroh, Fatimatul, and Laila Muhammami. 2018. "CALCIUM OXIDE CHARACTERISTICS PREPARED FROM AMBUNTEM S CALCIUM OXIDE CHARACTERISTICS PREPARED FROM AMBUNTEM ' S CALCINED LIMESTONE," no. May.
<https://doi.org/10.21107/jps.v5i1.3836>.
- Murthy, M. S., P. Raghavendrachar, and S. V. Sriram. 1986. "Thermal Decomposition of Doped Calcium Hydroxide for Chemical Energy Storage." *Solar Energy* 36 (1): 53–62.
[https://doi.org/10.1016/0038-092X\(86\)90060-5](https://doi.org/10.1016/0038-092X(86)90060-5).
- Murtiningrum dan Alfa Firdaus. 2015. "PERKEMBANGAN BIODIESEL DI INDONESIA TINJAUAN ATAS KONDISI SAATINI, TEKNOLOGI PRODUKSI & ANALISIS PROSPEKTIF" IX (1): 35–45.
- Nasional, Badan Standarisasi. 2015. "Biodiesel Sni 7182:2015."
- Nisar, Jan, Rameez Razaq, Muhammad Farooq, Munawar Iqbal, Rafaqat Ali Khan, Murtaza Sayed, Afzal Shah, and Inayat ur Rahman. 2017. "Enhanced Biodiesel Production from Jatropha Oil Using Calcined Waste Animal Bones as Catalyst." *Renewable Energy* 101: 111–19.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.08.048>.
- Nur Syazwani, O., M. Lokman Ibrahim, Wahyudiono, Hideki

- Kanda, Motonobu Goto, and Y. H. Taufiq-Yap. 2017. "Esterification of High Free Fatty Acids in Supercritical Methanol Using Sulfated Angel Wing Shells as Catalyst." *Journal of Supercritical Fluids* 124: 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2017.01.002>.
- Nurhayati. 2008. "Reaksi Katalisis Oksidasi Stirena Menjadi Benzaldehida Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-U." *Skripsi Fakultas Matematika & Ilmu Pengetahuan Alam* 3.
- Osorio-González, Carlos S., Natali Gómez-Falcon, Fabiola Sandoval-Salas, Rahul Saini, Satinder K. Brar, and Antonio Avalos Ramírez. 2020. "Production of Biodiesel from Castor Oil: A Review." *Energies* 13 (10): 1–22. <https://doi.org/10.3390/en13102467>.
- Pan, Hu, Hu Li, Heng Zhang, Anping Wang, Duo Jin, and Song Yang. 2018. "Effective Production of Biodiesel from Non-Edible Oil Using Facile Synthesis of Imidazolium Salts-Based Brønsted-Lewis Solid Acid and Co-Solvent." *Energy Conversion and Management* 166 (May): 534–44. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.04.061>.
- Panhwar, Tarique, Sarfaraz Ahmed Mahesar, Aftab Ahmed Kandhro, Syed Tufial Hussain Sheerazi, Abdul Hameed Kori, Zahid Hussain Laghari, and Jamil-ur-Rehman Memon. 2019. "Physicochemical Composition and FTIR Characterization of Castor Seed Oil." *Ukrainian Food*

- Journal* 8 (4): 778–87. <https://doi.org/10.24263/2304-974x-2019-8-4-9>.
- Papargyriou, Despoina, Emmanouil Broumidis, Matthew de Vere-Tucker, Stelios Gavrielides, Paul Hilditch, John T.S. Irvine, and Alfredo D. Bonaccorso. 2019. “Investigation of Solid Base Catalysts for Biodiesel Production from Fish Oil.” *Renewable Energy* 139: 661–69.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.02.124>.
- Pirouzmand, Mahtab, Mehri Mahdavi Anakhatoon, and Zarrin Ghasemi. 2018. “One-Step Biodiesel Production from Waste Cooking Oils over Metal Incorporated MCM-41; Positive Effect of Template.” *Fuel* 216 (November 2017): 296–300. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.11.138>.
- Poonjarernsilp, Chantamanee, Noriaki Sano, and Hajime Tamon. 2015. “Simultaneous Esterification and Transesterification for Biodiesel Synthesis by a Catalyst Consisting of Sulfonated Single-Walled Carbon Nanohorn Dispersed with Fe/Fe₂O₃ Nanoparticles.” *Applied Catalysis A: General* 497: 145–52.
<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2015.03.013>.
- Priyambudi, Irvan Yudhistira. 2016. “PENGARUH WAKTU KALSINASI KATALIS CaO/Fe₂O₃ YIELD BIODIESEL DARI MINYAK KELAPA SAWIT,” 2–3.
- Raba, Angela, Jose Jose, and Barba Ortega. 2016. “SYNTHESIS

OF CALCIUM OXIDE BY MEANS OF TWO DIFFERENT
CHEMICAL SYNTHESIS OF CALCIUM OXIDE BY MEANS
OF," no. December.

- Rabie, Abdelrahman M., Mohamed Shaban, Mostafa R. Abukhadra, Rania Hosny, Sayed A. Ahmed, and Nabel A. Negm. 2019. "Diatomite Supported by CaO/MgO Nanocomposite as Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production from Waste Cooking Oil." *Journal of Molecular Liquids* 279: 224–31.
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.01.096>.
- Ramli, Anita, and Muhammad Farooq. 2015. "Optimization of Process Parameters for the Production of Biodiesel from Waste Cooking Oil in the Presence of Bifunctional γ -al₂O₃-ceo₂supported Catalysts." *Malaysian Journal of Analytical Sciences* 19 (1): 8–19.
- Ramli, Anita, Muhammad Farooq, Abdul Naeem, Saleem Khan, Muhammad Hummayun, Azhar Iqbal, Sohail Ahmed, and Liaqat Ali Shah. 2017. "Bifunctional Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production Using Low Cost Feedstocks: A Future Perspective." *Frontiers in Bioenergy and Biofuels*, no. January. <https://doi.org/10.5772/65553>.
- Regina, Joyce, Soares Da, Luan Phelipe, Teixeira Rodrigues, Vanessa Da, Silva Mustafa, Marco Aurélio, et al. 2016. "Castor Oil: Properties, Uses, and Optimization of

- Processing Parameters in Commercial Production." *Lipid Insights*, no. January 2012: 62–74.
[https://doi.org/10.4137/LPI.S40233.TYPE](https://doi.org/10.4137/LPI.S40233).
- Richardson, James T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Edited by M. V. M. S. Spencer Twigg. New York: Plenum Press. <https://doi.org/10.1007/978-1-4899-3725-4>.
- Sahu, Gajanan, Sujan Saha, Sudipta Datta, Prakash Chavan, and Satyanarayan Naik. 2017. "Methanolysis of Jatropha Curcas Oil Using K₂CO₃/CaO as a Solid Base Catalyst." *Turkish Journal of Chemistry* 41 (6): 845–61.
<https://doi.org/10.3906/kim-1701-13>.
- Seffati, Kambiz, Bizhan Honarvar, Hossein Esmaeili, and Nadia Esfandiari. 2019. "Enhanced Biodiesel Production from Chicken Fat Using CaO/CuFe₂O₄ Nanocatalyst and Its Combination with Diesel to Improve Fuel Properties." *Fuel* 235 (May 2018): 1238–44.
<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.08.118>.
- Serio, M. Di, R. Tesser, L. Casale, A. D'Angelo, M. Trifuoggi, and E. Santacesaria. 2010. "Heterogeneous Catalysis in Biodiesel Production: The Influence of Leaching." *Topics in Catalysis* 53 (11–12): 811–19.
<https://doi.org/10.1007/s11244-010-9467-y>.
- Serio, Martino Di, Riccardo Tesser, Lu Pengmei, and Elio Santacesaria. 2008. "Heterogeneous Catalysts for

- Biodiesel Production." *Energy and Fuels* 22 (1): 207–17.
<https://doi.org/10.1021/ef700250g>.
- Sharma, Swati, Varun Saxena, Anupriya Baranwal, Pranjal Chandra, and Lalit Mohan Pandey. 2018. "Engineered Nanoporous Materials Mediated Heterogeneous Catalysts and Their Implications in Biodiesel Production." *Materials Science for Energy Technologies* 1 (1): 11–21.
<https://doi.org/10.1016/j.mset.2018.05.002>.
- Šiler, P., I. Kolářová, J. Bednárek, M. Janča, P. Musil, and T. Opravil. 2018. "The Possibilities of Analysis of Limestone Chemical Composition." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 379 (1).
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/379/1/012033>.
- Silva, Nivea De Lima Da, Cesar Batistella, Rubens Maciel Filho, and Maria Regina Wolf Maciel. 2011. "Determination of Castor Oil Molecular Weight by Vapour Pressure Osmometry Technique." *Chemical Engineering Transactions* 24 (January): 601–6.
<https://doi.org/10.3303/CET1124101>.
- Sistani, Aliakbar, Naser Saghatoleslami, and Hamed Nayebzadeh. 2018. "Influence of Calcination Temperature on the Activity of Mesoporous CaO/TiO₂–ZrO₂ Catalyst in the Esterification Reaction." *Journal of Nanostructure in Chemistry* 8 (3): 321–31.

- [https://doi.org/10.1007/s40097-018-0276-3.](https://doi.org/10.1007/s40097-018-0276-3)
- Srivastava, Anjana, and Ram Prasad. 2000. "Triglycerides-Based Diesel Fuels" 4.
- Sulaiman, N. H., M. J. Ghazali, J. Yunas, A. Rajabi, B. Y. Majlis, and M. Razali. 2018. "Synthesis and Characterization of CaFe₂O₄ Nanoparticles via Co-Precipitation and Auto-Combustion Methods." *Ceramics International* 44 (1): 46–50. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.08.203>.
- Suprapto, Tikha Reskiani Fauziah, Meiske S. Sangi, Titie Prapti Oetami, Imroatul Qoniah, and Didik Prasetyoko. 2016. "Calcium Oxide from Limestone as Solid Base Catalyst in Transesterification of Reutealis Trisperma Oil." *Indonesian Journal of Chemistry* 16 (2): 208–13. <https://doi.org/10.22146/IJC.21165>.
- Syvinski, W., McCarthy, G. 1990. "XRD Fe₂O₃ Hematite," 664.
- Taher, Wisnu Prabawa. 2019. "Meningkatkan PRODUKSI MINYAK BUMI."
- Teo, Siow Hwa, Aminul Islam, Eng Seng Chan, S. Y. Thomas Choong, Nabeel H. Alharthi, Yun Hin Taufiq-Yap, and Md Rabiul Awual. 2019. "Efficient Biodiesel Production from Jatropha Curcus Using CaSO₄/Fe₂O₃-SiO₂ Core-Shell Magnetic Nanoparticles." *Journal of Cleaner Production* 208 (2019): 816–26. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.10.107>.

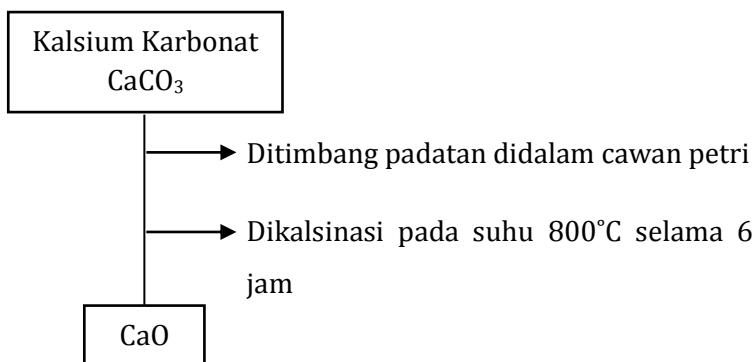
- Thomas, Alfred, Bertrand Matthäus, and Hans-Jochen Fiebig. 2015. "Fats and Fatty Oils." *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 1–84.
https://doi.org/10.1002/14356007.a10_173.pub2.
- Vieira, Sara S., Zuy M. Magriotis, Nadiene A.V. Santos, Adelir A. Saczk, Carla E. Hori, and Pedro A. Arroyo. 2013. "Biodiesel Production by Free Fatty Acid Esterification Using Lanthanum (La³⁺) and HZSM-5 Based Catalysts." *Bioresource Technology* 133: 248–55.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.01.107>.
- Watcharathamrongkul, Kornkanok, Bunjerd Jongsomjit, and Muenduen Phisalaphong. 2010. "Calcium Oxide Based Catalysts for Ethanolysis of Soybean Oil" 32 (6): 627–34.
- Weng, Xuefei, Yi Cui, Shamil Shaikhutdinov, and Hans Joachim Freund. 2019. "CO₂ Adsorption on CaO(001): Temperature-Programmed Desorption and Infrared Study." Research-article. *Journal of Physical Chemistry C* 123 (3): 1880–87.
<https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.8b11415>.
- Yin, Xiulian, Xiuli Duan, Qinghong You, Chunhua Dai, Zhongbiao Tan, and Xiaoyan Zhu. 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.](https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.01.026)
- Yono, Dwi, Thamrin Usman, and Nelly Wahyuni. 2015. "Sintesis Katalis Bifungsional Heterogen Dari Tawas Dan Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit (Tkks) Untuk Pembuatan Biodiesel" 4 (4): 1–6.
- Zaher, Ferial A., and Hanaa M. Soliman. 2015. "Biodiesel Production by Direct Esterification of Fatty Acids with Propyl and Butyl Alcohols." *Egyptian Journal of Petroleum* 24 (4): 439–43.
- [https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2015.10.007.](https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2015.10.007)

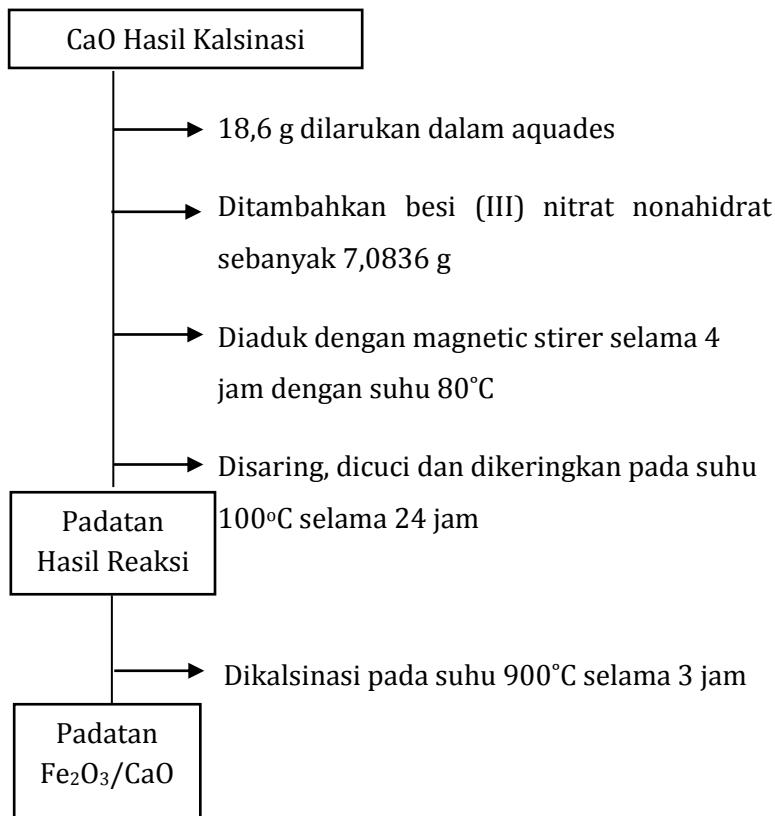
LAMPIRAN

Lampiran 1: diagram alir prosedur kerja

A. Sintesis CaO dari batu kapur

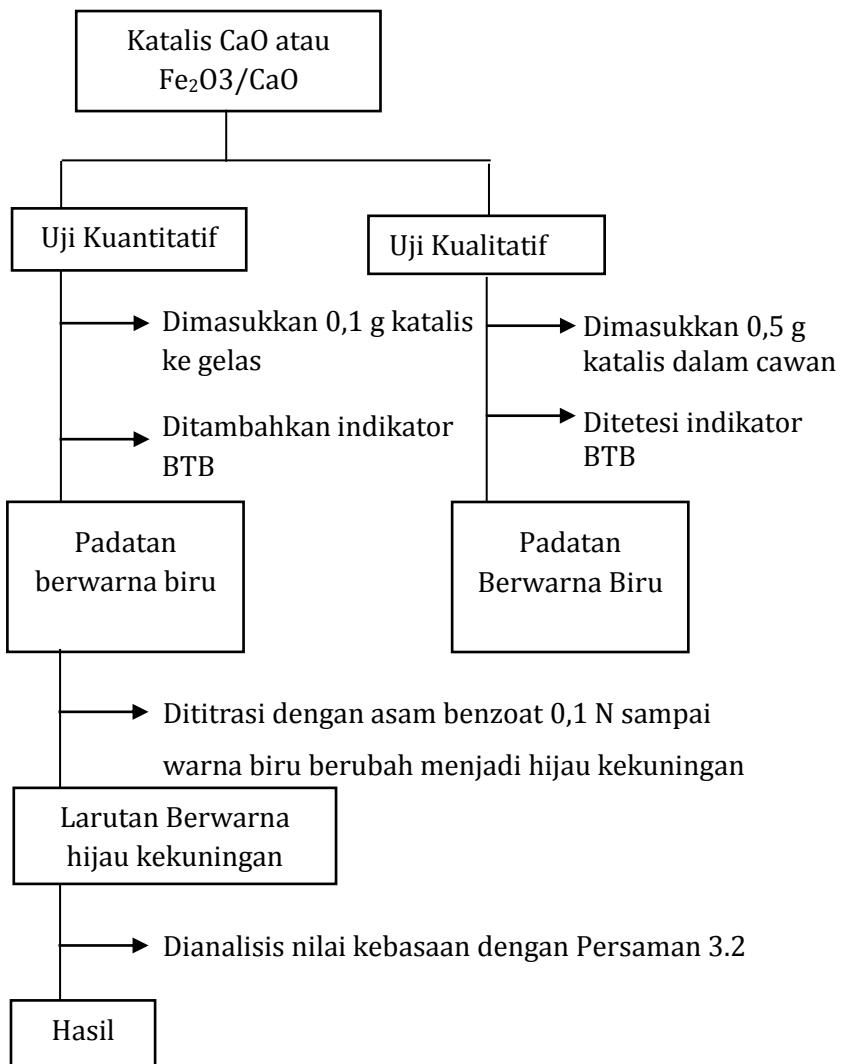


B. Sintesis Katalis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

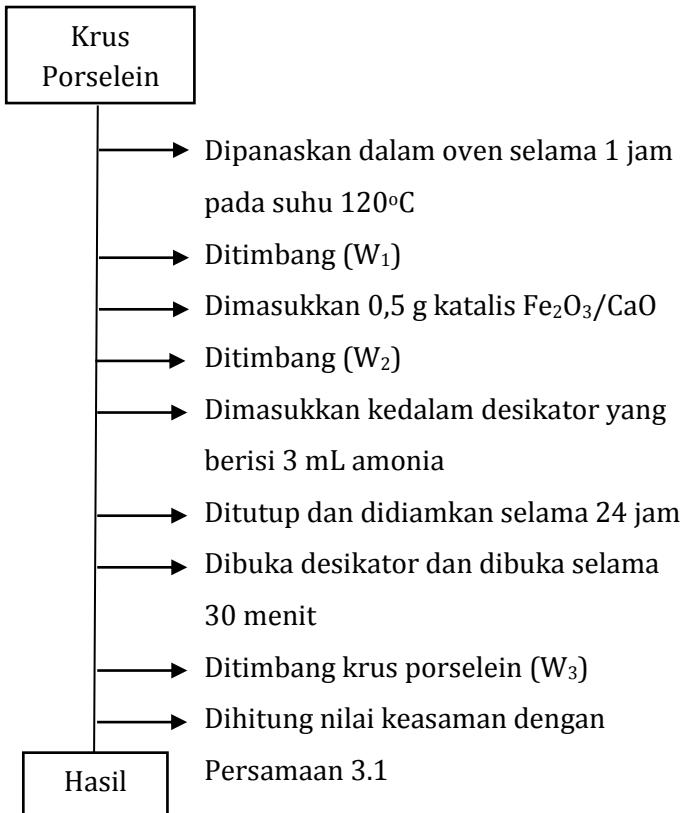


C. Uji Kebasaan dan Keasaman Katalis

1. Uji Kebasaan

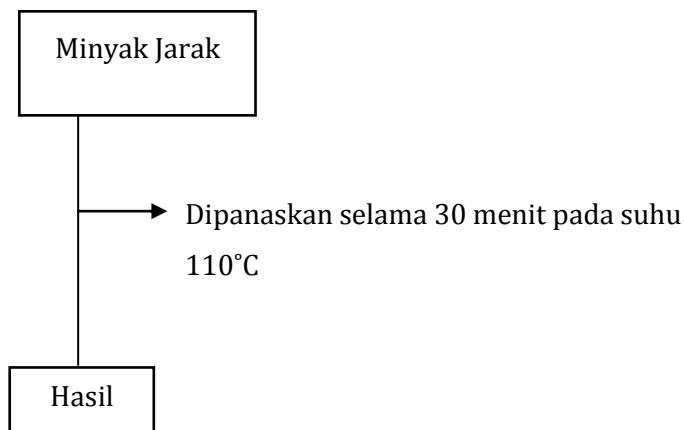


2. Uji Keasaman

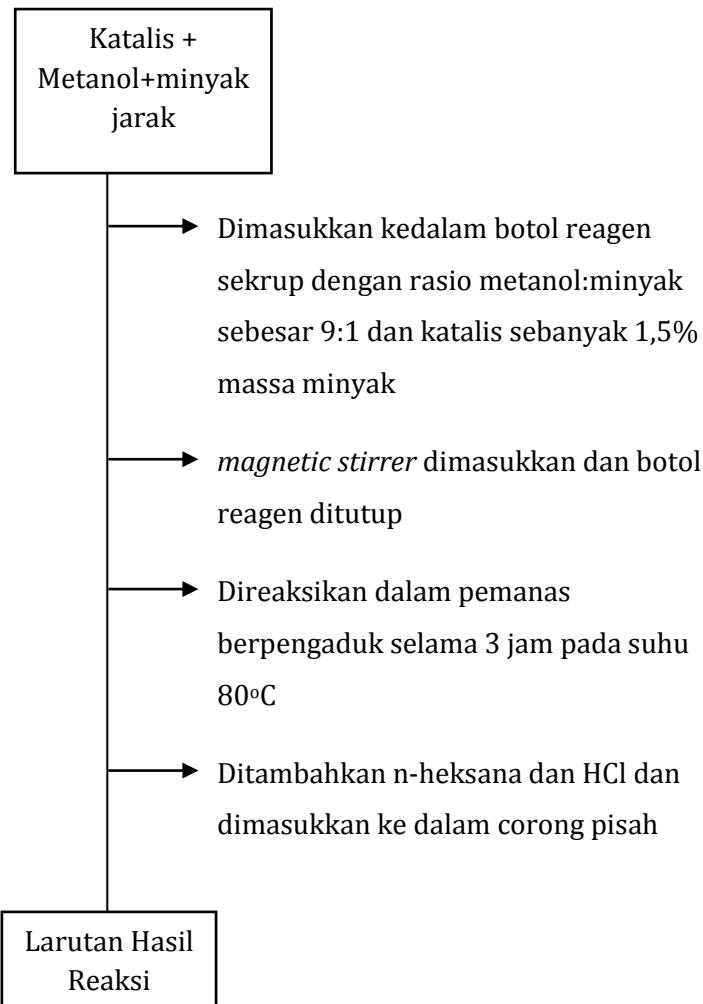


D. Sintesis Biodiesel

1. Preparasi Minyak Jarak



2. Reaksi Transesterifikasi dan Reaksi Esterifikasi-Transesterifikasi



Lanjutan

Larutan Hasil Reaksi

→ Didiamkan sampai terjadi pemisahan fase (lapisan atas adalah larutan biodiesel dan lapisan bawah adalah larutan CaCl_2 dan gliserol)

→ Diambil lapisan atas

→ Diuapkan dengan *rotary evaporator* untuk menghilangkan alkohol berlebih dan n-heksana

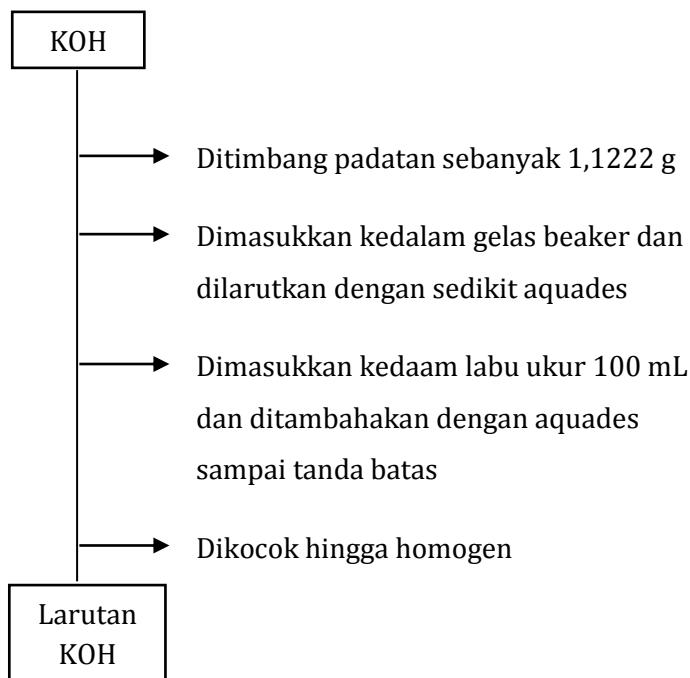
Biodiesel

→ Dikarakterisasi dengan menggunakan GC-MS

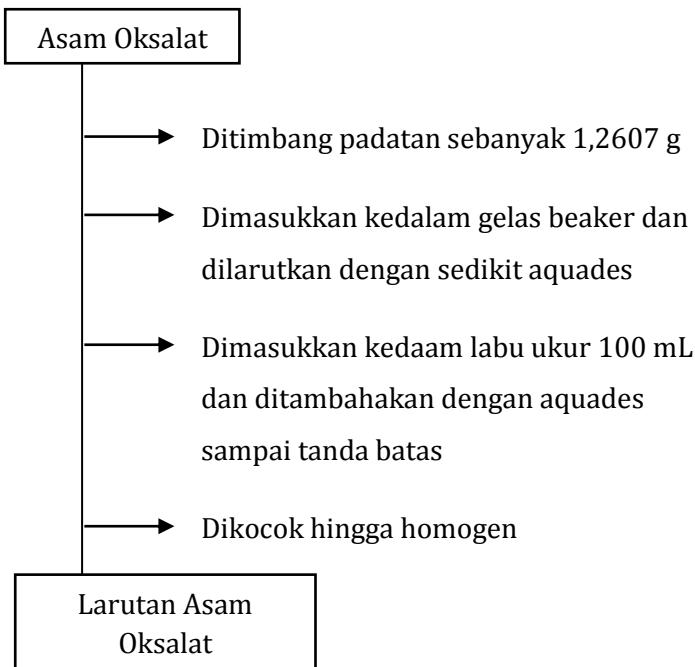
Hasil

E. Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam

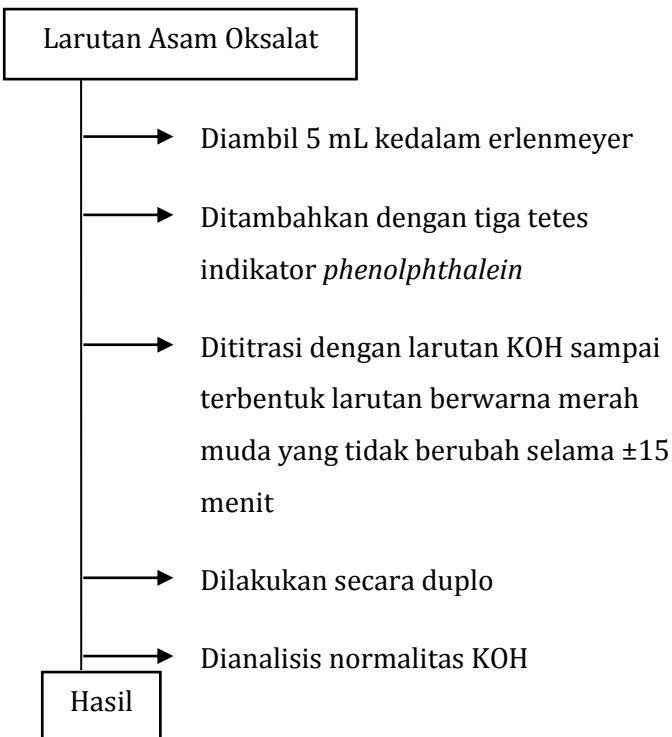
1. Pembuatan Larutan KOH



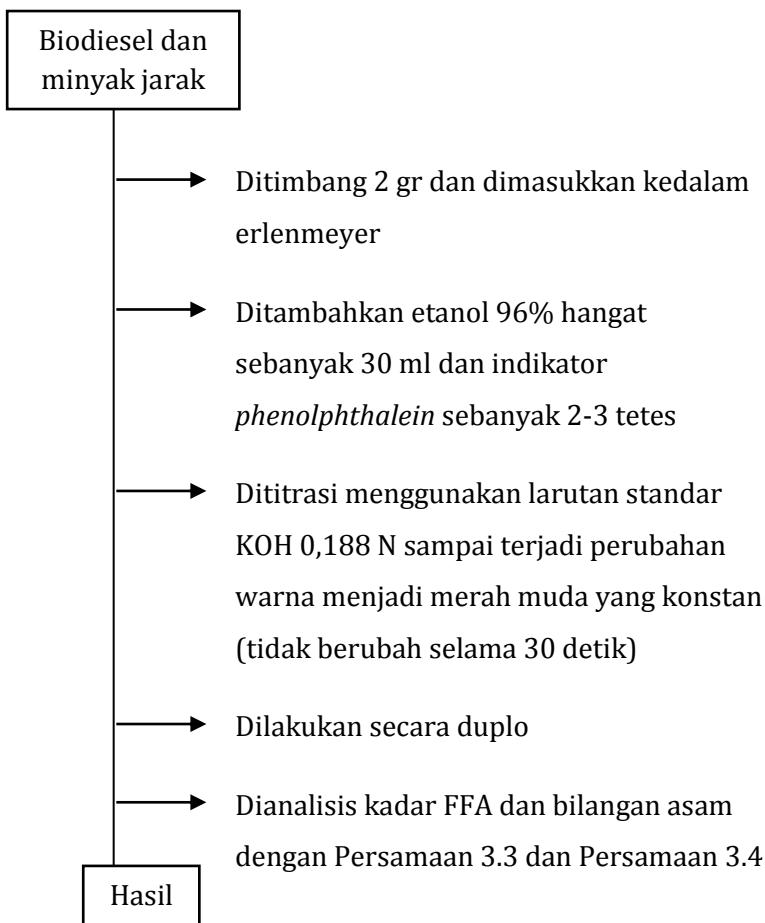
2. Pembuatan Larutan Baku Asam Oksalat



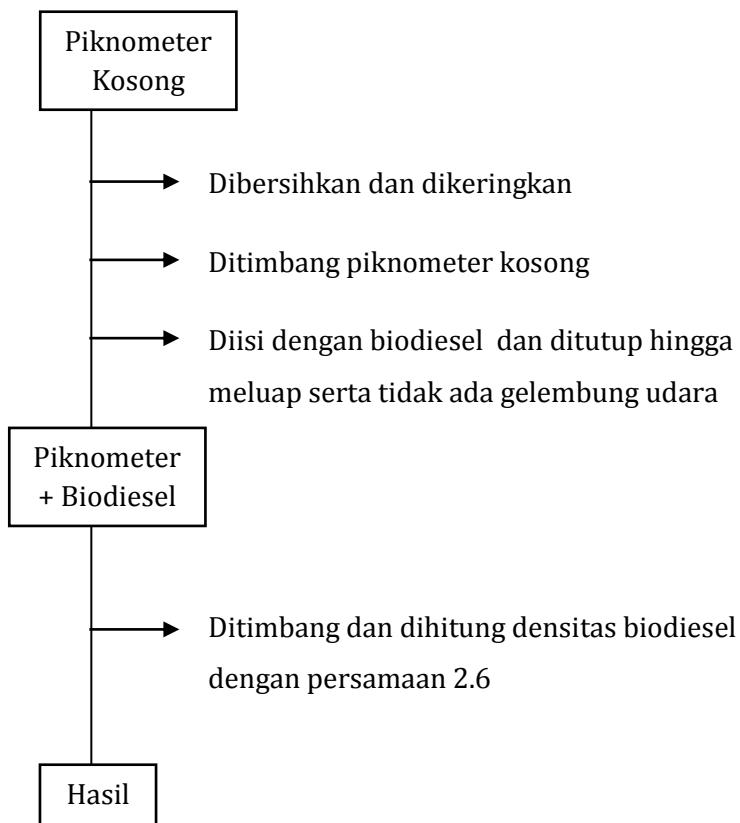
3. Standarisasi KOH



F. Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam



G. Penentuan Densitas



Lampiran 1: Analisis Data

A. Analisis Kebasaan

Katalis	Massa Katalis	V _{as. benozat}	N _{as. benozat}
CaO	0,1 g	24,2 mL	0,1 N
Fe ₂ O ₃ /CaO	0,1 g	21,1 mL	0,1 N

➤ Katalis CaO

$$\begin{aligned} \text{Kebasaan } \left(\frac{\text{mmol}}{\text{gr}} \right) &= \frac{V_{\text{as.benzoat}} \times N_{\text{as.benzoat}}}{m_{\text{katalis}}} \\ &= \frac{24,2 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N}}{0,1 \text{ gr}} \\ &= 24,2 \text{ mmol/gr} \end{aligned}$$

➤ Katalis SA/CaO

$$\begin{aligned} \text{Kebasaan } \left(\frac{\text{mmol}}{\text{gr}} \right) &= \frac{V_{\text{as.benzoat}} \times N_{\text{as.benzoat}}}{m_{\text{katalis}}} \\ &= \frac{21,1 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N}}{0,1 \text{ gr}} \\ &= 21,1 \text{ mmol/gr} \end{aligned}$$

B. Analisis Keasaman Katalis SA/CaO

$$W_1 = 58,858 \text{ g}$$

$$W_2 = 59,3586 \text{ g}$$

$$W_3 = 59,421 \text{ gr}$$

$$\text{BM NH}_3 = 17 \text{ gr/mol}$$

$$\begin{aligned}
 Keasaman \frac{mmol}{g} &= \frac{W_3 - W_2}{(W_2 - W_1) \times BM_{NH_3}} \times 1000 \\
 &= \frac{(59,421 - 59.3586)}{(59,3586 - 58,858) \times 17} \times 1000 \\
 &= 7,34 mmol/gr
 \end{aligned}$$

C. Perhitungan Rasio Mol Minyak : Metanol

- Berat molekul minyak jarak sesuai referensi: 933,4 g/mol
- Perbandingan mol metanol:metanol sebanyak 9:1
 - Mol minyak

$$\begin{aligned}
 Mol &= \frac{massa}{BM} \\
 &= \frac{60\ g}{933,4\ g/mol} \\
 &= 0,06428\ mol
 \end{aligned}$$

- Mol metanol

$$\begin{aligned}
 Mol\ Metanol &= Mol\ Minyak \times 9 \\
 &= 0,06428 \times 9 \\
 &= 0,5785\ mol
 \end{aligned}$$

- Massa metanol

$$\begin{aligned}
 Massa\ Metanol &= mol \times BM \\
 &= 0,5785\ mol \times 32,04 \frac{g}{mol} \\
 &= 18,51\ g
 \end{aligned}$$

D. Perhitungan jumlah besi (III) nitrat nonahidrat yang ditambahkan

- Massa katalis yang ingin dibuat= 20 g
- Massa CaO yang diambil

$$\text{Massa } \text{CaO} \text{ yang diambil} = 20 \times \frac{93}{100} = 18,6 \text{ g}$$

- Massa $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang ditambahkan
 - Massa Fe_2O_3 yang ingin diimpregnaskan
 - Mol Fe_2O_3

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 20 - 18,6 = 1,4 \text{ g}$$

$$\text{mol} = \frac{1,4 \text{ g}}{159,69 \text{ g/mol}} = 0,0008766 \text{ mol}$$

Perbandingan valensi antara $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$:

$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 2:1$

- Massa $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang ditambahkan

$$0,0008766 \text{ mol} \times 2 \times \frac{403,9972 \text{ g}}{\text{mol}} = 7,0836 \text{ g}$$

E. Analisis kadar FFA dan Bilangan Asam

- Pembuatan Larutan KOH 0,1 N

$$\text{BM} = 56,11 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 1$$

$$\text{Volume} = 100 \text{ mL}$$

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

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

$$= \frac{56,11 \text{ g/mol}}{1}$$

$$= 56,11 \text{ g/mol}$$

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

$$= 0,2 \times 56,11 \frac{gr}{mol} \times 0,1 L$$

$$= 0,1,1222 \text{ g}$$

- Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,2 N

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

$$\text{Valensi} = 2$$

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

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

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

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

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

$$\begin{aligned}
 m &= N \times BE \times V \\
 &= 0,2 \times 63,035 \frac{gr}{mol} \times 0,05mL \\
 &= 0,6304 g
 \end{aligned}$$

➤ Standarisasi KOH 0,2 N dengan Asam Oksalat 0,2 N

V as. Oksalat = 10 ml

N as. Oksalat = 0,2 N

	V KOH (ml)
1	10,57
2	10,706
\bar{V}	10,638

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$10 \times 0,2 = 10,638 \times N_2$$

$$N_2 = 0,188 N$$

➤ Analisis Kadar FFA

N KOH = 0,188 N

- Minyak Habis jarak

Berat Minyak = 2 gr

	V KOH (mL)
1	0,8
2	0,6
\bar{V}	0,7

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V KOH \times N KOH \times BM \text{ asam oleat}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{0,7 \text{ mL} \times 0,188 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/mol}}{10 \times 2 \text{ g}} \\
 &= 1,858 \%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel dengan katalisis CaO

Berat Biodiesel = 0,52 g

	V KOH (mL)
1	0,1
2	0,1
\bar{V}	0,1

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V KOH \times N KOH \times BM \text{ asam oleat}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{0,1 \text{ mL} \times 0,188 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/mol}}{10 \times 0,52 \text{ g}} \\
 &= 1,021 \%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel dengan katalisis Fe₂O₃/CaO

Berat Biodiesel = 1 gr

	V KOH (mL)
1	0,2
2	0,2
\bar{V}	0,2

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V KOH \times N KOH \times BM \text{ asam oleat}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{0,2 \text{ mL} \times 0,188 \text{ N} \times 282,47 \text{ g/mol}}{10 \times 2 \text{ g}} \\
 &= 0,53 \%
 \end{aligned}$$

➤ Konversi FFA

- Biodiesel dengan katalisis CaO

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi FFA} &= \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\% \\
 &= \frac{1,858 - 1,021}{1,858} \times 100\% \\
 &= 44,8\%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel dengan katalisis Fe₂O₃/CaO

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi FFA} &= \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\% \\
 &= \frac{1,858 - 0,53}{1,858} \times 100\% \\
 &= 71,35\%
 \end{aligned}$$

➤ Analisis Bilangan Asam

$$N KOH = 0,188 N$$

$$BM KOH = 56,11 \text{ gr/mol}$$

- Minyak Habis jarak

$$\text{Berat Minyak} = 2 \text{ gr}$$

	V KOH (mL)
1	0,6
2	0,8
\bar{V}	0,7

$$\begin{aligned} \text{Bil Asam} &= \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}} \\ &= \frac{0,7 \text{ mL} \times 0,188 \text{ N} \times 56,11 \text{ g/mol}}{2 \text{ gr}} \\ &= 3,6920 \text{ mgKOH/g} \end{aligned}$$

- Biodiesel dengan katalisis CaO

$$\text{Berat Biodiesel} = 0,52 \text{ gr}$$

	V KOH (mL)
1	0,1
2	0,1
\bar{V}	0,1

$$\text{Bil Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,1 \text{ mL} \times 0,188 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{0,86 \text{ g}} \\ = 2,0285 \text{ mgKOH/g}$$

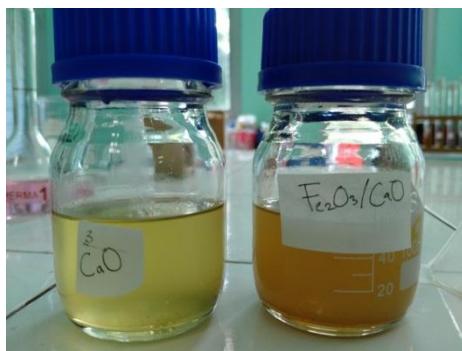
- Biodiesel dengan katalisis $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}$

Berat Biodiesel = 2 gr

	V KOH (mL)
1	0,2
2	0,2
\bar{V}	0,2

$$\text{Bil Asam} = \frac{VKOH \times NKOH \times MrKOH}{Berat Sampel} \\ = \frac{0,2 \text{ mL} \times 0,188 \text{ N} \times 56,11 \text{ g/mol}}{2 \text{ g}} \\ = 1,0548 \text{ mgKOH/g}$$

Lampiran 2 : dokumentasi



biodiesel hasil sintesis



Katalis CaO
sebelum
diimpregnasi
dengan Fe_2O_3



Katalis CaO sesudah
diimpregnasi
dengan Fe_2O_3

Hasil GC-MS biodiesel dengan bantuan katalis CaO

nama senyawa	Kadar FAME (%)
Hexane (CAS) n-Hexane	0
Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	1,49020923
Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate	0
Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate	0,785143253
9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate	2,303398051
9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-9-ENOATE	0,257026346
9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (CAS) Methyl linoleate	2,12955632
9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl ester, (Z,Z,Z)- (CAS) Methyl linolenate	0,13920942
11-Eicosenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL 11-EICOSENOATE	0,090170862
Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid	0
9-OCTADECENSAEURE, 12-HYDROXY-, METHYLESTER, (z)- (RICINOLSAEUREMETHYLESTER)	8,03624
9-OCTADECENSAEURE, 12-HYDROXY-, METHYLESTER, (z)- (RICINOLSAEUREMETHYLESTER)	16,0279
OCTADEC-9-ENOIC ACID	0
9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (CAS) Linoleic acid	0
9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate	0,23764

Hasil GC-MS biodiesel dengan bantuan katalis Fe₂O₃/CaO

nama senyawa	Kadar FAME (%)
Hexane (CAS) n-Hexane	0
Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	0,469548495
Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate	0
Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate	0,404807371
9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-9-ENOATE	1,007379959
9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate	0,151355529
9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (CAS) Methyl linoleate	1,162250222
9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl ester, (Z,Z,Z)- (CAS) Methyl linolenate	0,10383813
Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid	0
9-OCTADECENS EURE, 12-HYDROXY-, METHYLESTER, (z)- (RICINOL SA EURE METHYLESTER)	13,76310525
9-OCTADECENS EURE, 12-HYDROXY-, METHYLESTER, (z)- (RICINOL SA EURE METHYLESTER)	2,697428095
9-OCTADECENS EURE, 12-HYDROXY-, METHYLESTER, (z)- (RICINOL SA EURE METHYLESTER)	0,109731222
OCTADEC-9-ENOIC ACID	0
9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (CAS) Linoleic acid	0
9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate	0,163615451

RIWAYAT HIDUP



a. Identitas Diri

- 1.** Nama Lengkap : Zidan Alfian Bahtiar
- 2.** Tempat & Tgl. Lahir : Semarang, 23 Februari 1999
- 3.** Alamat Rumah : Jl. Karonsih Selatan 9 no 668

Kelurahan Ngaliyan Kecamatan
Ngaliyan Kota Semarang

- 4.** HP : 08994494691
- 5.** E-mail : zidan9rangers@gmail.com

B. Riwayat Pendidikan

1. Pendidikan Formal :
 - a. SDN Purwoyoso 06 2006-2011
 - b. SMP PLUS AR-RAHMAT 2011-2014
 - c. SMAN 8 Semarang
2. Pendidikan Non-Formal : -
3. Prestasi Akademik : -
4. Publikasi Ilmiah

- a. Performa Katalis CaO dan Katalis Bifungsional Fe₂O₃/CaO 7% wt Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak jarak