



Pengaruh Komposisi SiO₂ Pada Katalis CaO/SiO₂ Terhadap Karakter Morfologi Permukaan, Ukuran Partikel dan Rendamen Metil Ester Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Yulita A. Ndak^{1,*}, Kasimir Sarifudin², Sudirman³

^{1,2,3}Program Studi Pendidikan Kimia, FKIP- Universitas Nusa Cendana

Jl. Adisucipto Penfui, Kupang-NTT 85001 Indonesia

*e-mail korespondensi: yulitandak@gmail.com

Info Artikel:

Dikirim:

01 April 2021

Revisi:

20 April 2021

Diterima:

01 Mei 2021

Kata Kunci:

Silika, Komposisi, katalis

Morfologi, Ukuran

Partikel, Yield metil ester.

Abstrak- Artikel ini membahas tentang pengaruh komposisi SiO₂ pada katalis CaO/SiO₂ terhadap karakter morfologi permukaan, ukuran partikel dan rendamen metil ester pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar. SiO₂ disintesis dari zeolit alam dengan metode hidrotermal, kopresipitasi dan ultrasonikasi sementara CaO disintesis dari endapan kapur air dengan metode kalsinasi. Proses pengembunan SiO₂ dan CaO melalui metode impregnasi basa dengan variasi SiO₂ 10, 20, 30, 40 dan 50%. Hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX menunjukkan komposisi SiO₂ yang berlebih pada katalis menyebabkan terjadinya penggumpalan pada permukaan katalis. Hasil analisis ukuran partikel menggunakan Image-J menunjukkan hasil terbaik diperoleh pada penambahan SiO₂ 30% dengan ukuran partikel 10,01 nm yang berarti penambahan SiO₂ dengan komposisi yang kecil akan menghasilkan partikel dengan ukuran yang kecil dan pada komposisi yang berlebih menghasilkan partikel dengan ukuran yang besar. Sementara hasil uji aktivitas katalis terhadap reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar menunjukkan yield tertinggi diperoleh pada penambahan SiO₂ 30% yaitu 92,78% yang menunjukkan bahwa komposisi SiO₂ yang kecil menghasilkan yield metil ester yang tinggi dan pada komposisi yang berlebih menghasilkan yield metil ester yang rendah.

PENDAHULUAN

Bahan Bakar Minyak (BBM) adalah bahan bakar bersumber fosil yang tidak dapat diperbaharui. Penemuan sumber cadangan minyak bumi baru sangat sedikit, sedangkan kebutuhan BBM semakin meningkat, hal ini tentunya dapat menyebabkan kelangkaan BBM dalam kehidupan bermasyarakat [5]. Sehingga perlu diatasi dengan menyediakan bahan bakar alternatif [16].

Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif substitusi bahan bakar fosil [17]. Biodiesel dapat diproduksi dari minyak nabati maupun minyak hewani yang dapat diperbaharui [4].

Ricinus communis atau jarak kepyar merupakan salah satu tanaman yang dapat menghasilkan minyak nabati. Minyak tanaman ini dapat bersumber dari bagian biji yang mengandung 75% kernel (biji) dan 25% kulit. Namun karna kandungan resin yang beracun maka minyak ini tidak dapat dikonsumsi [1].

Untuk mendapatkan biodiesel, minyak dikonversi menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis [13]. Katalis menyediakan jalur alternatif dengan energi aktivasi lebih rendah sehingga reaksi berlangsung dengan lebih cepat [14].

CaO merupakan salah satu katalis basa heterogen yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi [20]. CaO sering digunakan karna memiliki aktivitas katalik dan kebasahan yang tinggi, kelarutan yang rendah dalam metanol, serta penggunaannya yang mudah karna tidak membutuhkan air yang berlebih untuk pencucian [12]. Kouzu et al. (2008) menguji penggunaan katalis CaO, Ca(OH)₂ dan CaCO₃ pada reaksi transesterifikasi minyak kedelai. Dari hasil penelitian tersebut didapatkan hasil bahwa pada kondisi reaksi yang sama ketiga katalis tersebut memberikan yield yang berbeda dimana pada CaO adalah 93%, pada Ca(OH)₂ 12% dan 0% pada CaCO₃.

CaO memiliki kelemahan yaitu melarutnya Ca berakibat pada terjadinya reaksi penyabunan [2]. Penyabunan akan menyulitkan pada proses pemisahan sehingga CaO perlu didispersikan pada material penyangga. Penyangga akan memperbaiki kekuatan mekanik, meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalik [11] sehingga perlu digunakan untuk mengatasi kelemahan CaO.

Silika merupakan salah satu komponen penyangga katalis yang sering digunakan. Silika mampu meningkatkan sifat mekanik katalis. Meningkatnya sifat mekanik akan mencegah terjadinya proses leaching [10]. Pandiangan dkk. (2018) menggunakan SiO₂ sebagai penyangga CaO dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa, dan menghasilkan yield hingga 93,1%.

Salah satu parameter kualitas katalis yang baik adalah mampu mengubah bahan baku menjadi produk yang diinginkan. Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi diantaranya ukuran partikel, dan morfologi katalis [6]. Ukuran partikel katalis yang kecil akan meningkatkan luas permukaan sehingga permukaan kontak tempat berlangsungnya reaksi antara reaktan dan katalis akan semakin baik [20]. Morfologi katalis berkaitan dengan permukaan katalis. Permukaan yang poros akan meningkatkan luas area permukaan sehingga semakin banyak molekul reaktan yang terjerap atau masuk ke dalam katalis, berinteraksi dengan fasa aktif katalis sehingga semakin banyak molekul reaktan yang terkonversi menjadi produk [18].

Ukuran partikel, morfologi katalis dan rendamen metil ester dipengaruhi komposisi dari katalis dan komposisi silika sebagai pengemban katalis juga turut mempengaruhi. Penelitian Siregar (2018) tentang sintesis K Silika untuk reaksi transesterifikasi dan hasil karakterisasi morfologi menggunakan SEM menunjukkan bahwa pada komposisi fasa aktif yang tinggi dibanding silika yaitu 2,5:1 menyebabkan aglomerasi pada permukaan. Sementara hasil karakterisasi katalis TiO₂/SiO₂ yang dilakukan Wiyono (2015) menunjukkan bahwa penambahan SiO₂ berlebih mendapatkan katalis yang memiliki karakteristik morfologi permukaan yang komposit menyerupai silika karna adanya aglomerasi. Pada ukuran partikel dari katalis. Haumuty (2020) mensintesis katalis CaO/SiO₂ dengan komposisi CaO 50, 60, 70, 80, 90 dan 100%. Hasil analisis ukuran partikel kemudian menunjukkan bahwa komposisi silika yang bervariasi pada katalis menghasilkan ukuran partikel yang bervariasi. Penelitian Maulana dkk. (2017) tentang preparasi katalis CaO/Fly Ash dan penggunaannya pada reaksi transesterifikasi minyak sawit off-grade menjadi biodiesel menunjukkan bahwa komposisi silika yang kecil dibandingkan CaO menghasilkan yield biodiesel yang tinggi yaitu 71,77%. Sementara itu pada penelitian Banaweng (2020) tentang pengaruh komposisi CaO dalam katalis CaO/SiO₂ terhadap yield metil ester dalam reaksi transesterifikasi minyak biji kelor menunjukkan bahwa jumlah SiO₂ yang berlebih menyebabkan terjadinya penumpukan partikel penyangga katalis sehingga metil ester yang dihasilkan rendah.

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

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu alat-alat gelas, termometer, pengayak 200 mesh, lumpang porselin dan penggerus, oven (Fisher scientific), wadah stainless steel, desikator, labu refluks, Neraca Ohaus, furnace kolom (Kasimir furnace), pengaduk magnet, kertas saring, timbangan digital (Denver), pompa air, reaktor kalsinasi dan reduksi, neraca analitik, corong buchner, stopwatch, pressure cooking, wise stirrer, hot plate, aluminium foil, press ulir, seperangkat alat titrasi dan SEM-EDX. Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Zeolit Alam Ende Flores-NTT, endapan air sadah, minyak biji jarak kepyar, pelarut methanol 96%

(Merc), aquades, vaseline, HCl 37% (Merck), NaOH pellet, AgNO₃ (Merck), air bebas ion (deionized water), minyak goreng dan es batu.

Sintesis Silika

Sebanyak 200 gram ZAA direfluks dengan NaOH 750 mL 8 M selama 24 jam, kemudian disaring dan diperoleh natrium silikat. Filtrat tersebut kemudian dititrasi menggunakan larutan HCl 2 M sampai terbentuk pH 7 sambil terus diaduk dengan magnetic stirrer hingga terbentuk endapan berwarna putih. Gel yang berwarna putih yang terbentuk kemudian didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam, setelah itu disaring dan dicuci dengan 500 mL air bebas ion sebanyak 4 kali untuk menghilangkan garam klorida. Residu padat yang diperoleh dikeringkan pada suhu 80°C selama 24 jam. Untuk memurnikan silika dari mineral lain seperti Al, Ca, Fe dan Mg, padatan hasil pengeringan tadi direfluks dengan 750 mL larutan HCl 1M pada suhu 100°C selama 3 jam. Setelah dingin Suspensi disaring dan dicuci dengan air bebas ion sampai netral dan bebas ion Cl⁻ yang diuji dengan larutan AgNO₃ 0,1 N. Endapan yang sudah netral dimasukkan ke dalam beaker gelas (vol 1 L), kemudian ditambahkan air bebas ion sampai volumenya 1 L, dan dilanjutkan dengan proses ultrasonikasi selama 4 jam sambil dilakukan pengadukan selama 5 menit (menggunakan pengaduk kaca) dalam selang waktu 30 menit, kemudian didiamkan selama 24 jam dan dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas whatman 42. Padatan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 110°C selama 12 jam (sampai berat konstan, bila beratnya belum konstan, waktu pengeringan bisa ditambah). Setelah dingin ditimbang dan digerus. Serbuk silika tersebut kemudian dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam. Kemudian silika hasil kalsinasi didinginkan lalu ditimbang dan digerus sampai halus menggunakan penggerus porselin. Silika ini siap digunakan sebagai pengemban katalis CaO.

Sintesis Katalis CaO/SiO₂

Sebanyak 27 gram CaO yang diperoleh dari hasil proses Sintesis CaO dilarutkan dalam 250 mL air (meskipun tidak larut semua) menggunakan beaker gelas 1 L dan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam. Kemudian ditambahkan 3 gram SiO₂ sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 3 jam. Setelah itu dievaporasi dalam oven pada suhu 110°C selama 6 jam sampai kering (bila belum kering, waktunya bisa ditambah). Apabila sudah kering, dikerok sampai habis dan padatan yang diperoleh dikalsinasi pada 1000°C selama 6 jam. Setelah selesai dikalsinasi, padatan didinginkan, digerus lalu ditimbang. Katalis ini siap digunakan pada proses transesterifikasi minyak jarak kepyar. Perlakuan yang sama untuk mendapatkan katalis dengan komposisi CaO/SiO₂ 20%, CaO/SiO₂ 30%, CaO/SiO₂ 40%, dan CaO/ SiO₂ 50%.

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

Tahap Transesterifikasi

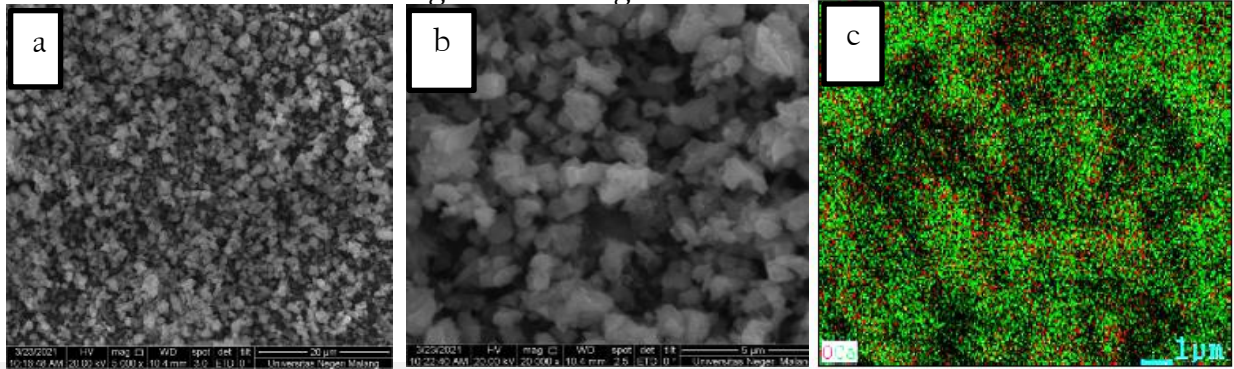
Proses transesterifikasi minyak jarak kepyar dilangsungkan dalam reactor berukuran 200 mL. Reactor dilengkapi dengan kondensor, thermometer, magnetic stirrer, dan sebuah oil bath. Minyak ditimbang sebanyak 50 gram dan metanol dengan rasio 1 : 12 (minyak:metanol, rasio mol). Katalis sebanyak 7% dari berat minyak ditambahkan kedalam reactor, selanjutnya dipanaskan pada suhu konstan 65 °C. Transesterifikasi berlangsung selama 4 jam sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer. Setelah 4 jam reaksi, campuran disentrifugasi selama 30 menit, kemudian campuran dimasukkan ke dalam corong pisah dan diendapkan selama 24 jam untuk

dipisahkan antara gliserol dan metil ester. Setelah 24 jam terbentuk 2 lapisan, yaitu lapisan atas corong merupakan metil ester dan lapisan bawah corong adalah gliserol. Rendemen merupakan perbandingan berat biodiesel dengan berat minyak awal. Untuk menghitung rendemen yang diperoleh digunakan persamaan :

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{Berat Biodiesel}}{\text{Berat Minyak}} \times 100\% \quad (1)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Karakterisasi Morfologi Katalis dengan SEM-EDX



Gambar 1. Foto hasil uji SEM katalis CaO dengan a) perbesaran 5.000x b) perbesaran 20.000x c) Hasil mapping EDX.

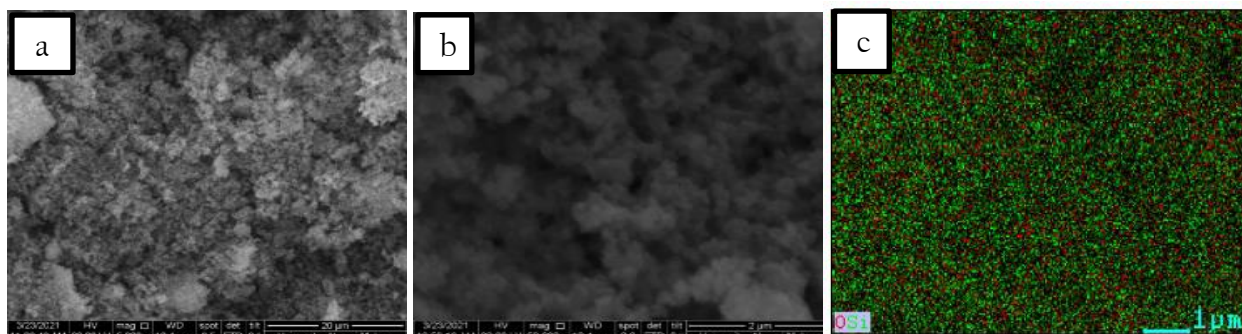
Dari gambar 1 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata dengan ukuran yang besar dan kurang seragam. Hasil mapping pada gambar 1 (c) juga menunjukkan partikel dari tiap-tiap unsur penyusun katalis CaO tersebar kurang merata dan bergerombol. Unsur O ditandai dengan partikel berwarna merah tersebar di atas partikel berwarna hijau dan bergerombol pada beberapa tempat. Partikel berwarna hijau adalah partikel dari unsur Ca yang juga tersebar kurang merata dan terlihat bergerombol. Adanya partikel yang bergerombol ini kemudian menghasilkan katalis dengan persebaran partikel yang kurang merata pada citra yang dihasilkan oleh SEM. Sementara hasil analisis unsur katalis oleh EDX ditampilkan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis unsur CaO.

No	CaO						
	Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata
	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Wt%
1	O	54,47	O	54,39	O	52,88	53,91
2	Ca	45,53	Ca	45,61	Ca	47,12	46,10

Dari tabel 1 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam sampel CaO adalah unsur penyusun katalis itu sendiri yang menunjukkan bahwa CaCO₃ telah terdekomposisi secara sempurna menjadi CaO melalui proses kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam.

b. SiO₂



Gambar 2. Foto hasil uji SEM katalis SiO_2 dengan a) perbesaran 10.000x b) perbesaran 50.000x. c) hasil mapping SiO_2 .

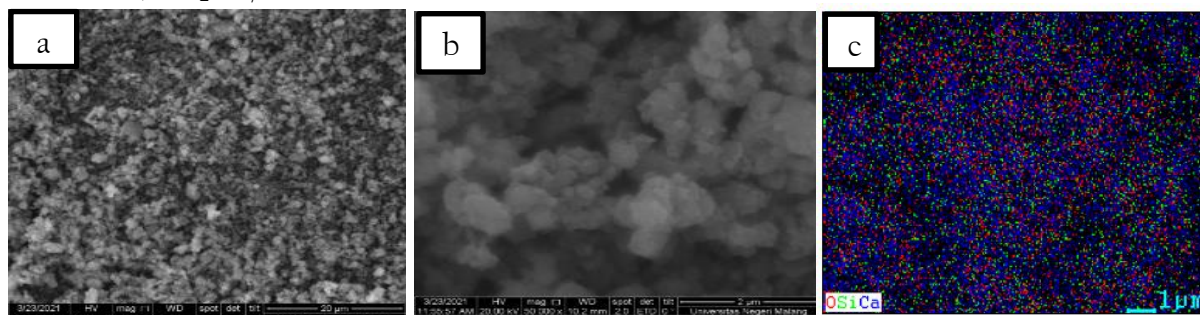
Dari gambar 2 terlihat pada permukaan silika partikel tersebar tidak merata dengan ukuran yang kecil dan tidak seragam. Pada beberapa tempat juga terlihat adanya partikel yang menggumpal sebagai akibat dari suhu kalsinasi yang terlalu tinggi sehingga terbentuk gumpalan-gumpalan yang berakibat pada pemadatan pori pada permukaan silika [9]. Hasil mapping pada gambar 2 (c) juga menunjukkan partikel unsur penyusun silika yang tersebar kurang merata. Partikel unsur O berwarna merah tersebar di atas partikel hijau dari unsur Si dan bergerombol pada beberapa tempat. Sementara Partikel Si sendiri tersebar cengan ukup merata. Adanya partikel yang bergerombol ini kemudian menyebabkan partikel yang terlihat menggumpal pada citra yang dihasilkan oleh SEM. Hasil analisis unsur ditampilkan pada tabel 2

Tabel 2. Hasil analisis unsur SiO_2

SiO_2							
No	Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata Wt%
	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	
1	O	53,56	O	53,51	O	53,79	53,62
2	Si	46,44	Si	46,49	Si	46,21	46,38

Dari tabel 2 terlihat bahwa unsur yang terkandung pada SiO_2 adalah unsur penyusun SiO_2 itu sendiri. Hasil ini menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi.

c. CaO/SiO_2 10%



Gambar 3. Foto hasil uji SEM katalis CaO/SiO_2 10% dengan a) perbesaran 10.000x b) perbesaran 50.000x c) hasil mapping EDX pada CaO/SiO_2 10%.

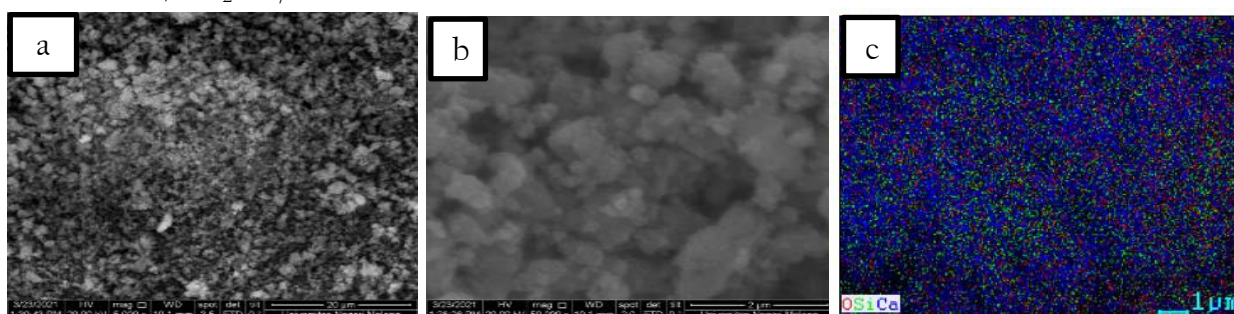
Dari gambar 3 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata dan bergerombol membentuk gumpalan. Penggumpalan ini disebabkan karna kurangnya komposisi SiO_2 sebagai pemberi celah antar komponen aktif katalis. Dari hasil mapping pada gambar 3 (c) juga menunjukkan partikel dari unsur penyusun katalis yang tersebar tidak merata dan bergerombol. Partikel unsur O yang berwarna merah, dan Si yang berwarna hijau terlihat menyebar di atas partikel berwarna biru yang merupakan partikel unsur Ca. Unsur Ca sendiri

tersebar tidak merata dan bergerombol. Partikel yang bergerombol ini kemudian menyebabkan partikel yang terlihat menggumpal pada citra yang dihasilkan oleh SEM. Sementara hasil analisis unsur dengan EDX ditampilkan pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis unsur CaO/SiO₂ 10%

CaO/SiO ₂ 10%							
No	Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata
	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Wt%
1	O	53,15	O	53,93	O	51,68	52,92
2	Si	02,58	Si	03,32	Si	04,37	03,42
3	Ca	44,28	Ca	42,76	Ca	43,95	43,66

Dari tabel 3 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis CaO/SiO₂ 10% adalah unsur penyusun katalis itu sendiri dengan unsur paling dominan adalah Ca dan O.

d. CaO/SiO₂ 20%

Gambar 4. Foto hasil uji SEM katalis CaO/ SiO₂ 20% dengan a) perbesaran 10.000x b) perbesaran 50.000x c) hasil mapping EDX pada CaO/SiO₂ 20%.

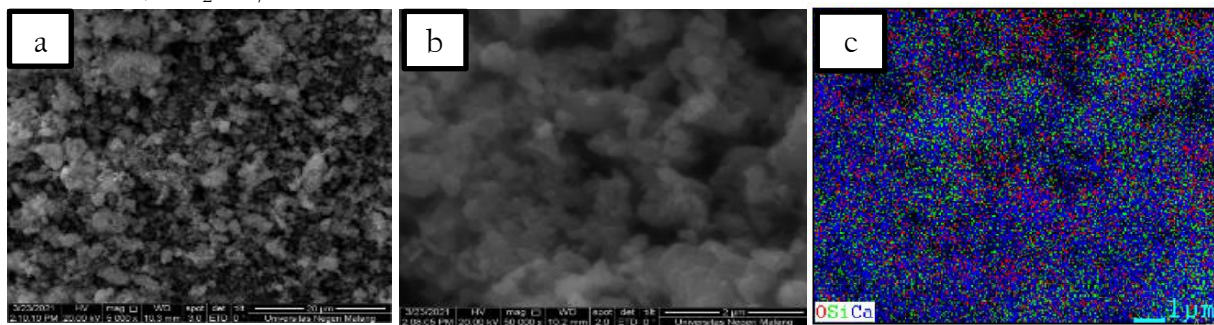
Dari gambar 4. terlihat partikel tersebar kurang merata dan menggumpal pada beberapa tempat. Hasil mapping dengan EDX juga menunjukkan persebaran partikel dari penyusun katalis. Unsur O berwarna merah tersebar di atas partikel berwarna biru. Unsur Si yang berwarna hijau juga tersebar di atas partikel berwarna biru dan bergerombol pada beberapa tempat. Sementara unsur Ca ditandai dengan partikel berwarna biru terlihat dominan di beberapa tempat. Namun jika dibandingkan dengan katalis CaO/SiO₂ 10% pada katalis ini partikel yang menggumpal sudah lebih berkurang. Bertambahnya komposisi silika sebagai pemberi celah antar partikel menyebabkan semakin berkurangnya partikel yang bergerombol untuk membentuk gumpalan. Sementara hasil analisis unsur dengan EDX ditampilkan pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil analisis unsur CaO/SiO₂ 20%

CaO/SiO ₂ 20%							
No	Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata
	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Wt%
1	O	49,42	O	48,61	O	48,01	48,68
2	Si	07,38	Si	07,39	Si	06,87	07,21
3	Ca	43,20	Ca	44,01	Ca	45,12	44,11

Dari tabel 4 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis CaO/SiO₂ 20% adalah unsur penyusun dari katalis itu sendiri. Namun dari tabel 4 komposisi Ca memiliki presentase yang lebih tinggi jika dibandingkan pada katalis CaO/SiO₂ 10%. Hal ini tidak sesuai dengan kecenderungan dimana semakin tinggi komposisi SiO₂ maka komposisi unsur penyusun dari CaO yaitu Ca juga berkurang. Hal ini dapat terjadi karena pada katalis ini partikel yang menggumpal semakin berkurang sehingga semakin banyak unsur Ca yang terbaca jika dibandingkan dengan katalis CaO/SiO₂ 10%.

e. CaO/SiO₂ 30%



Gambar 5. Foto hasil uji SEM katalis CaO/SiO₂ 30% dengan a) perbesaran 10.000x b) perbesaran 50.000x c) hasil mapping EDX pada CaO/SiO₂ 30%.

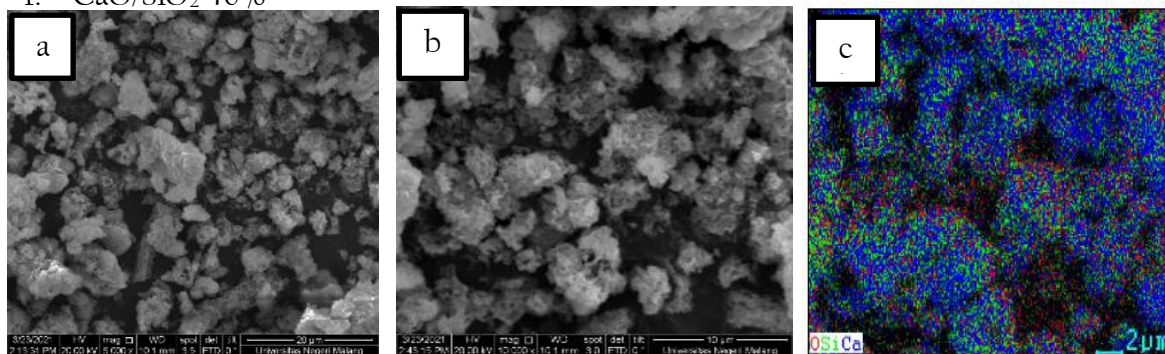
Dari gambar 5 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar kurang merata dan bergerombol pada beberapa tempat. Namun jika dibandingkan dengan katalis sebelumnya, pada katalis ini partikel berwarna putih yang terlihat menggumpal pada permukaan katalis sudah jauh berkurang. Hasil mapping pada gambar 5 (c) juga menunjukkan partikel dari unsur penyusun katalis yang bergerombol untuk membentuk gumpalan sudah berkurang. Sementara hasil analisis unsur dengan EDX ditampilkan pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil analisis unsur CaO/SiO₂ 30%

CaO/SiO ₂ 30%								
		Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata
No	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Wt%	
1	O	45,63	O	45,47	O	44,58	45,23	
2	Si	09,33	Si	09,42	Si	10,88	09,88	
3	Ca	45,04	Ca	45,12	Ca	44,53	44,89	

Dari tabel 5 terlihat bahwa unsur yang terdapat pada katalis CaO/SiO₂ 30% adalah unsur penyusun dari katalis itu sendiri dengan unsur paling dominan adalah Ca dan O. Namun pada tabel 5 juga terlihat komposisi Ca pada katalis ini lebih tinggi dibandingkan dengan unsur Ca pada katalis CaO/SiO₂ 20%. Hal ini disebabkan karena pada katalis ini partikel yang menggumpal semakin berkurang sehingga semakin banyak unsur Ca yang terbaca oleh EDX.

f. CaO/SiO₂ 40%



Gambar 6. Foto hasil uji SEM katalis CaO/SiO₂ 40% dengan a) perbesaran 5.000x b) perbesaran 10.000x c) hasil mapping EDX pada CaO/SiO₂ 40%.

Dari gambar 6 terlihat pada permukaan katalis partikel tersebar tidak merata dengan ukuran yang besar dan tidak seragam. Beberapa partikel dengan ukuran yang lebih besar bahkan terlihat menggumpal pada permukaan katalis. Penggumpalan ini disebabkan karena peningkatan komposisi silika yang berlebih. Pada katalis CaO/SiO₂ dengan komposisi SiO₂ 30% partikel yang menggumpal pada permukaan katalis sudah berkurang. Namun pada peningkatan komposisi

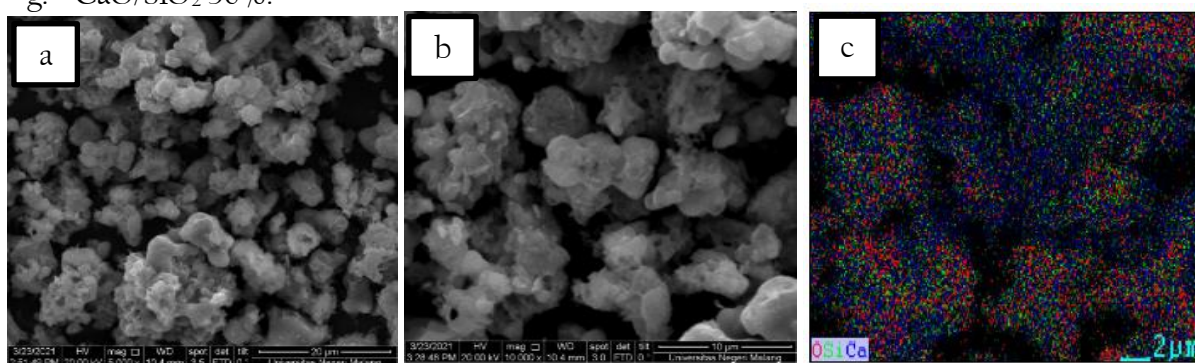
SiO₂ menjadi 40% partikel yang menggumpal dengan ukuran yang lebih besar kembali terlihat. Hasil mapping pada gambar 6 (c) juga menunjukkan persebaran partikel unsur yang tidak merata. Unsur O ditandai dengan partikel berwarna merah tersebar di atas partikel berwarna biru dan bergerombol pada beberapa tempat. Unsur Si ditandai dengan partikel berwarna hijau, juga tersebar tidak merata dan bergerombol pada beberapa tempat di atas partikel berwarna biru. Sementara unsur Ca yang berwarna biru juga terlihat menggumpal. Menumpuknya partikel Si dan O yang merupakan penyusun silika sebagai pemberi celah antar partikel di atas partikel Ca kemudian menyebabkan partikel Ca tidak dapat terdispersi secara optimal sehingga membentuk gumpalan. Sementara hasil analisis unsur katalis ditampilkan pada tabel 6.

Tabel 6. Hasil analisis unsur CaO/SiO₂ 40%

CaO/SiO ₂ 40%							
Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata	
No	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Wt%
1	O	41,25	O	41,30	O	41,02	41,19
2	Si	16,11	Si	16,21	Si	16,14	16,15
3	Ca	42,64	Ca	42,49	Ca	42,84	42,66

Dari tabel 6 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis CaO/SiO₂ 40% adalah unsur penyusun katalis itu sendiri. Peningkatan komposisi SiO₂ sebanyak 40% menyebabkan unsur penyusunnya yaitu Si dan O yang juga ikut bertambah dan unsur Ca mengalami penurunan.

g. CaO/SiO₂ 50%.



Gambar 7. Foto hasil uji SEM katalis CaO/SiO₂ 50% dengan a) perbesaran 5.000x b) perbesaran 10.000x c) hasil mapping EDX pada CaO/SiO₂ 50%.

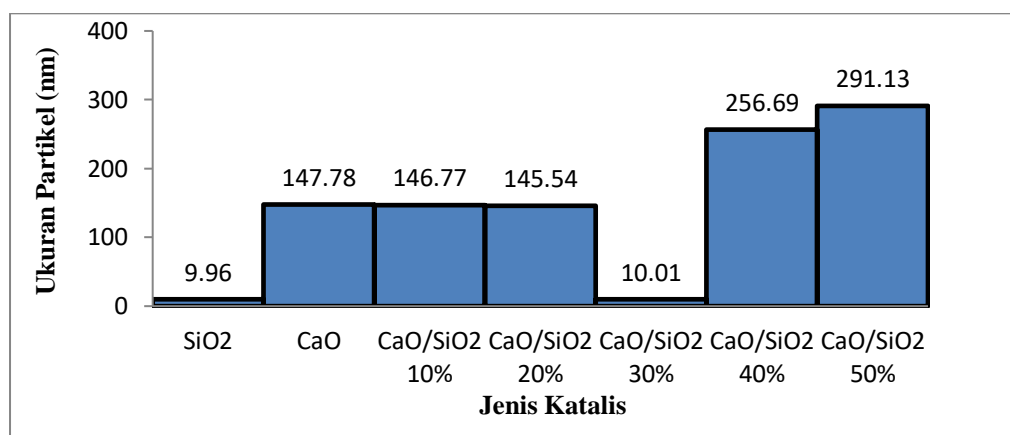
Dari gambar 7 terlihat pada permukaan katalis partikel yang bergerombol dan membentuk gumpalan terlihat lebih banyak dan semakin jelas jika dibandingkan dengan katalis CaO/SiO₂ 40%. Hasil mapping juga menunjukkan partikel dari tiap unsur yang bergerombol membentuk gumpalan yang lebih besar dibanding pada katalis sebelumnya. Unsur O ditandai dengan partikel berwarna merah, tersebar kurang merata di atas partikel berwarna biru. Unsur Si ditandai dengan partikel berwarna hijau juga tersebar tidak merata dan bergerombol di atas partikel berwarna biru. Sementara unsur Ca adalah unsur yang ditandai dengan partikel berwarna biru, tersebar tidak merata dan membentuk gumpalan. Peningkatan komposisi silika menjadi 50% menyebabkan komposisi unsur penyusunnya yaitu O dan Si juga mengalami peningkatan, namun partikel ini menumpuk pada permukaan dari partikel Ca. Sehingga dari gambar 7 (c) partikel berwarna merah dan hijau terlihat mendominasi pada permukaan partikel Ca. Dengan menggumpalnya partikel silika sebagai pemberi celah antar partikel menyebabkan partikel Ca tidak dapat terdispersi secara optimal sehingga kemudian membentuk gumpalan. Hasil ini kemudian menunjukkan penambahan silika dengan komposisi yang berlebih menyebabkan adanya aglomerasi pada permukaan katalis. Sementara hasil analisis unsur dengan EDX ditampilkan pada tabel 7.

Tabel 7. Hasil analisis unsur CaO/SiO₂ 50%

CaO/SiO ₂ 50%							
No	Titik Pertama		Titik Kedua		Titik Ketiga		Rata-rata
	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Elemen	Wt%	Wt%
1	O	39,43	O	41,26	O	39,65	40,11
2	Si	23,15	Si	22,21	Si	23,02	22,79
3	Ca	37,43	Ca	36,53	Ca	37,33	37,09

Dari tabel 7 terlihat bahwa unsur yang terkandung dalam katalis adalah unsur penyusun dari katalis itu sendiri. Meningkatnya komposisi SiO₂ menyebabkan komposisi unsur penyusunnya juga meningkat dan sejalan dengan berkurangnya unsur Ca.

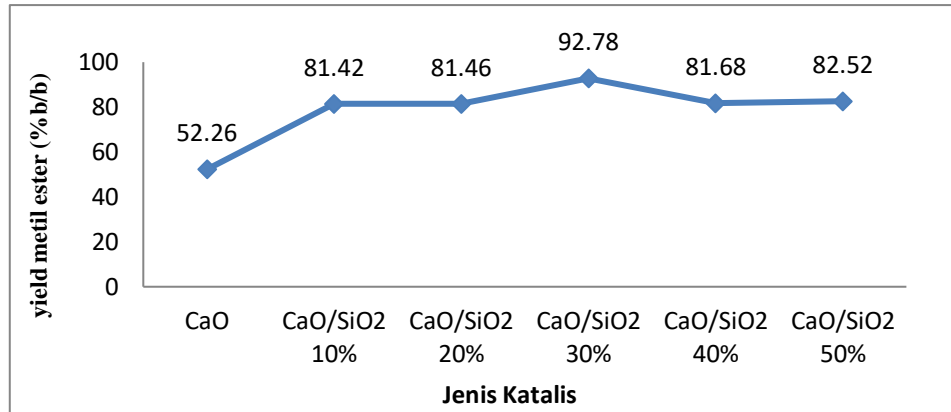
B. Hasil Analisis Ukuran Partikel dengan Menggunakan Software Image-J



Gambar 8. Grafik hubungan komposisi SiO₂ terhadap ukuran partikel katalis.

Dari gambar 8 terlihat bahwa ukuran partikel terkecil adalah pada SiO₂ yaitu 9,96 nm sementara CaO memiliki ukuran partikel yang lebih besar yaitu 147,78 nm. Setelah penambahan silika dengan komposisi 10% ukuran partikel katalis menjadi lebih kecil yaitu 146,77 nm dan lebih kecil pada penambahan SiO₂ 20% kemudian pada penambahan SiO₂ 30% katalis yang dihasilkan memiliki ukuran partikel yang paling kecil yaitu 10,01 nm. Dalam hal ini silika berfungsi sebagai pemberi celah antar partikel pada fasa aktif [17] sehingga dengan penambahan silika pada komposisi ini mengurangi partikel CaO yang akan bergerombol untuk membentuk gumpalan sehingga katalis yang dihasilkan pun memiliki ukuran partikel yang paling kecil. Namun pada penambahan SiO₂ 40% ukuran partikel katalis yang dihasilkan menjadi lebih besar yaitu 256,69 nm. Hal ini disebabkan karna penambahan SiO₂ yang berlebih menyebabkan penumpukkan partikel SiO₂ pada permukaan katalis sehingga partikel CaO tidak terdispersi dengan baik kemudian membentuk gumpalan. Adanya gumpalan ini kemudian menyebabkan katalis yang dihasilkan memiliki ukuran partikel yang besar. Hal ini pun terlihat jelas pada penambahan SiO₂ 50%, dimana penambahan silika dengan komposisi yang berlebih ini menghasilkan katalis dengan ukuran partikel yang paling besar yaitu 291,13 nm.

C. Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Kepyar

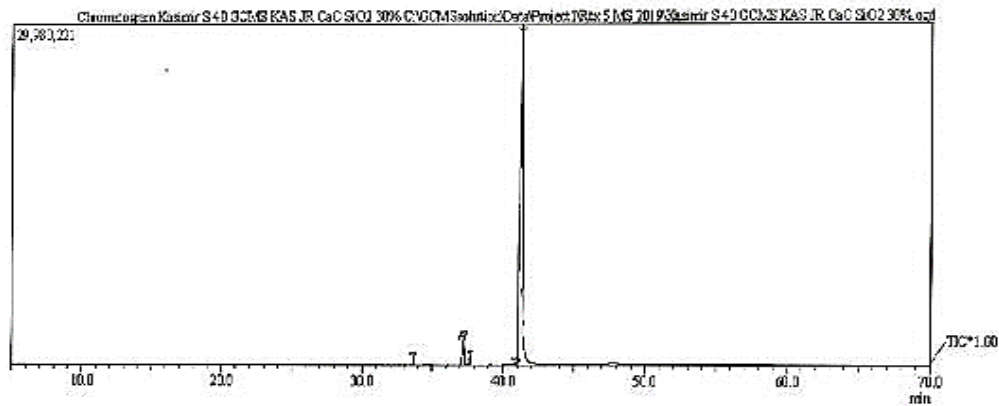


Gambar 9. Grafik hubungan antara komposisi katalis dengan %yield Metil Ester.

Dari gambar 9 terlihat bahwa *yield* metil ester terendah diperoleh pada katalis CaO kemudian mengalami peningkatan pada penambahan SiO₂ dari komposisi 10%, 20 % dan menghasilkan *yield* metil ester tertinggi pada penambahan SiO₂ 30%. Namun presentase *yield* metil ester kemudian mengalami penurunan pada komposisi SiO₂ 40% dan naik kembali pada komposisi SiO₂ 50%. Penurunan *yield* metil ester ini disebabkan karna penambahan komposisi silika yang berlebih menyebabkan terjadinya penumpukkan pengemban pada permukaan katalis. Terjadinya penumpukkan pada permukaan katalis menyebabkan tertutupnya permukaan katalis yang kemudian mengurangi reaktan yang teradsorpsi pada permukaan situs aktif. Akibatnya reaktan yang terkonversi menjadi produk pun berkurang sehingga *yield* metil ester yang dihasilkan pun mengalami penurunan.

D. Analisis Kandungan Senyawa Metil Ester

a. Metil Ester katalis CaO/SiO₂ 30%.



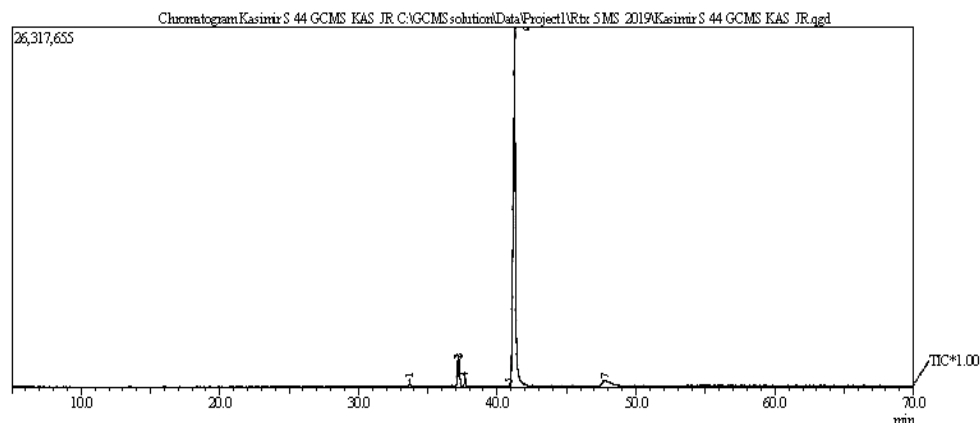
Gambar 10. Kromatogram metil ester dari katalis CaO/SiO₂ 30%.

Tabel 8. Hasil analisis GC-MS metil ester dari katalis CaO/SiO₂ 30%.

Peak	Waktu Retensi	% Area	Nama Senyawa
1	33.689	0.75	asam stearat
2	37.137	2.93	asam linoleat
3	37.252	3.35	asam oktadekanoat
4	37.675	0.83	asam palmitat
5	40.898	0.19	asam oleat
6	41.307	91.95	metil ester dari asam risonelat

Dari gambar 10 terlihat pada kromatogram metil ester memiliki terdapat 6 puncak yang terdeteksi dengan puncak tertinggi terdapat pada puncak ke-6. Hal ini berarti terdapat 6 senyawa yang terkandung dalam metil ester hasil transesterifikasi menggunakan katalis CaO/SiO_2 30%. Hasil perbandingan dengan data WILEY229.LIB kemudian menunjukkan bahwa senyawa yang terkandung dalam metil ester merupakan senyawa penyusun minyak jarak kepyar itu sendiri dan senyawa dengan %Area tertinggi adalah asam risonelat yang merupakan senyawa dari peak 6 yang terbaca pada kromatogram.

b. Metil Ester Hasil Esterifikasi



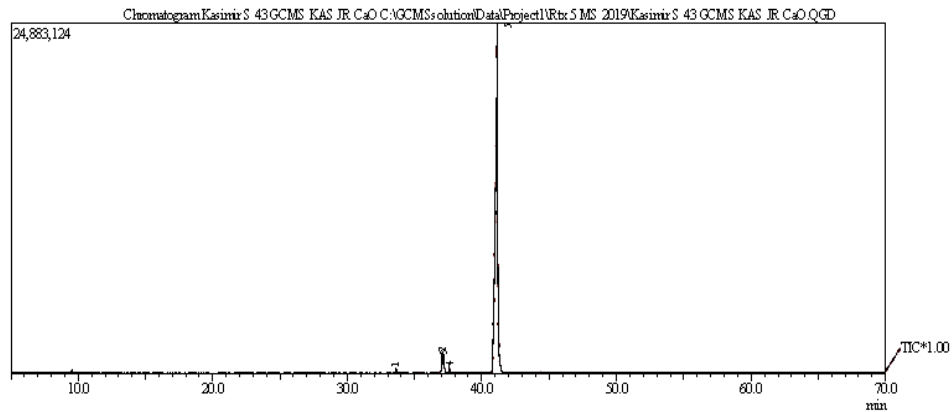
Gambar II. Kromatogram metil ester reaksi esterifikasi.

Tabel 9. Hasil analisis GC-MS metil ester reaksi esterifikasi minyak jarak kepyar

Peak	Waktu Retensi	% Area	Nama Senyawa
1	33.689	0.75	asam stearat
2	37.137	2.93	asam linoleat
3	37.252	3.35	asam oktadekanoat
4	37.675	0.83	asam palmitat
5	40.898	0.19	asam oleat
6	41.307	91.95	metil ester dari asam risonelat

Dari gambar II terlihat 7 puncak yang terdeteksi pada kromatogram dengan puncak tertinggi adalah puncak ke-6. Hasil perbandingan dengan data WILEY229.LIB kemudian menunjukkan senyawa yang terkandung adalah senyawa minyak jarak kepyar itu sendiri dengan senyawa paling dominan adalah asam risonelat yang merupakan senyawa dari peak ke 6. Namun dari hasil analisis juga ditemukan senyawa lain yaitu oktadesenil dan asam elaidat, dimana asam elaidat merupakan isomer trans dari asam oleat.

c. Metil Ester dari Katalis CaO



Gambar 12. Kromatogram metil ester katalis CaO.

Tabel 10. Hasil analisis GC-MS metil ester katalis CaO

Peak	Waktu Retensi	% Area	Komponen Kimia
1	33.614	0.44	asam stearat
2	37.060	2.22	asam linoleat
3	37.162	2.00	asam oleat
4	37.593	0.58	asam palmitat
5	41.155	94.77	metil ester dari asam risinoleat.

Dari gambar 12 terlihat 5 puncak senyawa yang terdeteksi dengan puncak tertinggi adalah puncak ke-5. Berdasarkan hasil perbandingan dengan data WILEY229.LIB senyawa yang terbaca adalah senyawa dari minyak jarak kepyar dan senyawa dengan %Area tertinggi adalah asam risinoleat yang merupakan senyawa dari puncak ke5 pada kromatogram.

KESIMPULAN

Pengaruh komposisi SiO₂ pada katalis CaO/SiO₂ terhadap morfologi permukaan, ukuran partikel dan rendamen metil ester pada reaksi transesterifikasi minyak jarak kepyar adalah komposisi SiO₂ yang berlebih pada katalis menyebabkan terjadinya penggumpalan pada permukaan katalis. Pada ukuran partikel komposisi SiO₂ yang kecil akan membantu katalis terdispersi dengan baik sehingga menghasilkan katalis dengan ukuran yang kecil. Namun pada komposisi yang berlebih akan menghasilkan katalis dengan ukuran partikel yang besar. Sementara pada reaksi transesterifikasi komposisi SiO₂ yang berlebih pada katalis akan mengurangi *yield* metil ester karna menyebabkan gumpalan pada permukaan katalis. Menggumpalnya silika pada permukaan katalis akan menghambat laju difusi reaktan kedalam katalis sehingga reaktan yang terkonversi menjadi metil ester menjadi sedikit.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Al-Ayubi, S. (2019). *Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Biji Kepyar (Ricinus communis. L) melalui reaksi transesterifikasi dengan variasi suhu menggunakan katalis KOH/ZEOLIT*. Malang: Universitas Negeri Islam Maulana Malik Ibrahim.
- [2] Aristiani, V. (2015). *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ Dari CaCO₃ Dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel*. Lampung: Universitas Lampung.
- [3] Banaweng, M. (2020). *Pengaruh Komposisi CaO Pada Katalis CaO/SiO₂ terhadap Karakter Luas Permukaan Spesifik, Volume Total Pori, Rerata Jejari Pori Dan Aktivitas Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Kelor*. Kupang: Universitas Nusa Cendana.

- [4] Dewi, D. C. (2015). *Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak(Ricinus Communis) Dengan Microwave* . Semarang: Universitas Negeri Semarang .
- [5] Harinda, Z. T., & Hidayati, N. (2019). Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Katalis Na_2O /Fly Ash Menggunakan Iradiasi Gelombang Mikro. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*, 1-6.
- [6] Haryono, Natanael, C., Rukiah, & Yulianti, Y. B. (2018). Kalsium Oksida Mikropartikel Dari Cangkang Telur Sebagai Katalis Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Material dan Energi Indonesia Vol. 08, No. 01*, 8-15.
- [7] Haumuty, S. M. (2020). *Studi Hubungan Antara Komposisi CaO Pada Katalis CaO/SiO_2 Dengan Morfologi Permukaan Dan Ukuran Partikel Serta Aktivitas Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Kelor*. Kupang: Universitas Nusa Cendana.
- [8] Kouzu, M., Kasuno, T., Tajika, M., Sugimoto, Y., Yamanaka, S., & Jusuke, H. (2008). Calcium Oxide as a solid base catalysyt for transesterification of soybean oli and its application to biodiesel production. *Scientdirect*, 2798-2806.
- [9] Lestari, D. Y. (2011). Kajian Tentang Deaktivasi Katalis. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Universitas Negeri Yogyakarta*, 1-7.
- [10] Maulana, R., Helwani, Z., & Saputra, E. (2017). Preparasi Katalis CaO /Fly Ash dan Penggunaannya pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit Off-Grade menjadi Biodiesel . *Jom FTEKNIK Volume 4*, 1-5.
- [11] Meliyana, L. (2015). *Preparasi Katalis CaO/SiO_2 Dari CaCO_3 Dan Silika Sekam Padi Dengan Metode Sol Gel Untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel* . Lampung: Universitas Lampung.
- [12] Pandiangan, K. D., Simanjuntak, W., Satria, H., Ilim, & Laila, A. (2018). Sintesis CaO/SiO_2 Dengan Metode Sol Gel Dan Aplikasinya Sebagai Katalis Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa .
- [13] Rachim, A. G., Raya, I., & Zakir, M. (2017). Modifikasi Katalis CaO Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Bekas . *Indo. J. Chem. Res.*, 2017, 5(1), 47-52.
- [14] Sahirman. (2009). *Perancangan Proses Produksi Biodisel Dari Minyak Biji Nyamplung (calophyllum inophyllum. L)*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- [15] Siregar, H. (2018). *Pembuatan Dan Karakterisasi Katalis K-Silika Berbasis Daun Bambu Untuk Reaksi Transesterifikasi*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- [16] Umam, M. N. (2018). *Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak Dengan Menggunakan Katalis KOH/ZEOLIT Dalam Pembuatan Biodiesel*. Malang: Universitas Islam Negri Maulana Malik Ibrahim.
- [17] Utomo, P. W. (2018). *Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak Menggunakan Metode Transesterifikasi Berkatalis Abu Terbang Dengan Bantuan Ultrasonifikasi* . Surakarta: Universitas Muhammadiyah Surakarta .
- [18] Widi, R. K. (2018). *Pemanfaatan Material Anorganik: Pengenalan Dan Beberapa Inovasi Di Bidang Penelitian*. Surabaya: Penerbit Deepublish .
- [19] Wiyono, E. (2015). *Pengaruh Jenis Prekursor Dan Suhu Kalsinasi Terhadap Karakteristik Komposit $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ Dan Aplikasinya Dalam Degradasi Rhodamin B* . Semarang : Universitas Negeri Semarang .

- [20] Zuhra, Husin, H., Rinaldi, W., & Hasfita, F. (2015). Preparasi Katalis Abu Kulit Kerang Untuk Transesterifikasi Minyak Nyamplung Menjadi Biodiesel. *Agritech*, Vol. 35, No. 1, Februari 2015, 69-77.