

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (*Pilla Ampullacea*) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

Hikmah Fatmawati, Wellyana Puspitasari, Rohini Pujiarti, Sesy Ardianti, Is Fatimah*

Program Studi Kimia, Universitas Islam Indonesia, Kampus Terpadu UII Jl. Kaliurang Km 14,5, Sleman, Yogyakarta 55584

[*isfatimah@uii.ac.id](mailto:isfatimah@uii.ac.id)

ABSTRACT

Research on utilization of snail (*Pilla ampullacea*) shell as CaO source for biodiesel conversion from rice bran oil has been investigated. CaO was derived by calcining the shell at pada 900°C for 2 h. The powder obtained from the process was characterized using x-ray diffraction (XRD), energy dispersive x-ray (EDX), Fourier-Transform Infra-red (FTIR) and surface basicity test. In order to test the activity of catalyst, effect of catalyst weight on the yield of conversion as studied. Results show that the derived material is composed from dominantly CaO and the material demonstrates activity in rice bran conversion into biodiesel. Compared to NaOH, the CaO catalyst exhibits more effectively active as shown by the higher yield. From varied catalyst weight, it is obtained that at the range of 2.5-10% catalyst weight does not affect significantly to the increasing yield.

Keywords: Biodiesel, Transesterification, CaO, Reflux, Rice bran oil.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang penggunaan katalis cangkang keong sawah (*Pilla ampullacea*) sebagai sumber CaO dan penggunaannya pada konversi biodiesel dari minyak bekatul. Katalis CaO diperoleh dari kalsinasi cangkang keong pada 900°C selama 2 jam. Serbuk yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan instrumen x-ray diffraction (XRD), energy dispersive x-ray (EDX), Fourier-Transform Infra-red (FTIR) dan uji kebasaaan padatan secara titrasi. Untuk menguji aktivitas katalis dilakukan pengujian pengaruh berat katalis terhadap yield biodiesel yang dihasilkan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa material yang diperoleh terdiri dari dominan CaO dan menunjukkan aktivitas pada konversi biodiesel dari minyak bekatul. Dibandingkan dengan NaOH, katalis CaO lebih efektif dan dibandingkan katalis NaOH pada pembuatan biodiesel dilihat dari yield yang dihasilkan. Pada rentang 2,5-10%, berat katalis tidak menunjukkan pengaruh signifikan terhadap kenaikan yield.

Kata kunci: Biodiesel, Transesterifikasi, CaO, Refluk, Minyak Bekatul

Pendahuluan

Biodiesel merupakan salah satu sumber energy alternative yang masih diperhitungkan terutama di negara-negara

tropis. Hal ini karena biodiesel dapat diproduksi dari berbagai sumber bahan baku alami yang melimpah dan dapat diperbaharui. Secara kimia, biodiesel

*Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (*Pilla Ampullacea*) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul*

merupakan ester yang dapat diproduksi melalui reaksi transesterifikasi dari minyak nabati maupun hewani. Minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku biodiesel dapat berasal dari kacang kedelai, kelapa, kelapa sawit, padi, jagung, jarak, papaya dan masih banyak lagi melalui proses transesterifikasi (Mardiah dkk, 2006).

Dalam proses produksinya secara konvensional, produksi biodiesel dilakukan dengan metanolisis menggunakan katalis homogen (KOH atau NaOH) yang saat ini mulai ditinggalkan. Hal ini karena katalis dalam bentuk terlarut dan menyatu dengan system larutan memberikan kesulitan pemisahan dan tidak dapat diregenerasi. Penggunaan katalis ini juga tidak ramah lingkungan karena akan membutuhkan banyak air untuk proses pemisahannya. Untuk mengatasi kelemahan dari katalis homogen tersebut, telah banyak dilakukan penelitian untuk mengembangkan katalis alternatif dan fokusnya adalah pengembangan katalis heterogen. Beberapa katalis heterogen yang telah banyak digunakan pada pembuatan metil ester adalah KF/Al_2O_3 , MgO, SrO, CaO dan lain-lain.

Katalis CaO merupakan jenis katalis padat yang lebih banyak digunakan karena tergolong katalis dengan bahan ramah lingkungan yang dapat diperoleh dari beberapa limbah hewan. Beberapa penelitian melaporkan penggunaan CaO dari berbagai sumber seperti kulit telur, kulit kerang/ hewan lunak dan tulang sebagaimana disajikan pada Tabel 1.

Mengacu dari data pada Tabel 1, terlihat bahwa CaO yang dibuat dari limbah cangkang hewan ternyata juga dapat menghasilkan biodiesel yang maksimal. Namun dari semua penelitian yang telah dilakukan belum ada laporan potensi penggunaan cangkang keong sawah (*Pila Ampullacea*). Selain akan memberikan solusi pada penyediaan katalis yang murah pada proses produksi biodiesel, penggunaan cangkang keong sawah juga akan memberikan solusi pemanfaatan limbah hama pertanian. Sebagai upaya kajian alternative sumber biodiesel, dilakukan penggunaan minyak bekatul (*Rice bran oil*).

Berlatar belakang permasalahan yang ada, penelitian ini bertujuan untuk mengkaji karakteristik CaO yang diperoleh dari cangkang keong sawah dan menguji aktivitasnya sebagai katalis pada konversi

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pila Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

biodiesel. Pengujian aktivitas melibatkan pengaruh berat katalis terhadap yield.

Tabel 1. Sumber CaO sebagai sumber katalis

Sumber CaO	Hasil	Peneliti, Tahun
Kulit telur ayam	Terjadi peningkatan hasil konversi biodiesel dari berat katalis 4 % b/b ke 6 % b/b namun mengalami penurunan hasil konversi pada berat katalis 8 % dan 12 % b/b.	Mantovani, 2017
Kulit telur ayam	Yield biodiesel terbaik dihasilkan pada berat katalis 3 % b/b dari variasi berat katalis 2, 3, 4 % b/b.	Wendi, dkk., 2015
Kulit telur	Hasil biodiesel yang diperoleh optimal dibandingkan katalis homogen	Niju, dkk., 2014
Cangkang bekicot (<i>Achatina fulica</i>)	CaO dari cangkang bekicot memberikan aktivitas konversi biodiesel.	Lesbani, dkk., 2013
Cangkang kerang darah (<i>Anadara granosa</i>)	Hasil optimum biodiesel diperoleh yield 94% dan katalis dapat digunakan kembali dengan yield 40-50%.	Hadiyanto, dkk., 2016
Cangkang kerang darah (<i>Anadara Granosa</i>)	Peningkatan penggunaan katalis dari 2 % ke 4 % (b/b) meningkatkan rendemen biodiesel dari 60,98 menjadi 77,98% tetapi peningkatan katalis dari 6 % ke 8 % tidak mengalami peningkatan rendemen biodiesel.	Nurhayati, dkk., 2014
Cangkang kerang darah (<i>Anadara granosa</i>)	Biodiesel optimum diperoleh dengan berat katalis 3 % b/b sebesar 81,67 % dari variasi berat katalis 1, 2, 3 dan 4 % b/b.	Setiowati, dkk., 2014
Kerang hijau, kerang darah dan remis	Hasil biodiesel optimal diperoleh pada penggunaan katalis 10 % b/b untuk masing-masing kerang pada variasi berat katalis 5, 10, 15, 20 dan 25 % b/b.	Gapur, 2014
Cangkang keong mas (<i>Pomacea sp.</i>)	Hasil maksimal biodiesel yang diperoleh sebesar 94,43 % dengan menggunakan minyak kelapa sawit	Prastyo, dkk., 2011

Metode Penelitian

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi cangkang keong

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

(Fatmawati dkk.)

(*Pilla Ampullacea*) diperoleh dari areal persawahan di Kabupaten Bantul, Yogyakarta, minyak dedak padi (PT. Indofood Sukses Makmur), dan bahan-bahan kimia terdiri dari metanol, HCl, asam pospat, n-heksana, methanol, NaOH dan fenolftalein (PP) yang diperoleh dari Merck (Jerman).

Alat

Alat-alat yang diperlukan dalam penelitian terdiri dari seperangkat alat refluks, oven furnace (Termolyne), Oven (Memmert), pengaduk magnetic dan beberapa instrument terdiri dari spektrofotometer sinar X (XRD Shimadzu X6000), Fourier Transform Infra-Red (Perkin elmer), serta Energy Disspersive x-ray (EDX, JEOL).

Cara Penelitian

a. Preparasi CaO

Pembuatan katalis CaO dari cangkang keong dilakukan dengan mencuci bersih cangkang keong kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari hingga kering. Setelah itu cangkang keong ditumbuk hingga halus menggunakan mortar dan alu. Serbuk cangkang keong yang dihasilkan kemudian dikalsinasi dalam furnace dengan suhu 900°C selama 2 jam untuk mendekomposisikan CaCO_3 menjadi

CaO. Setelah dikalsinasi CaO dihaluskan menjadi bubuk.

b. Karakterisasi CaO

Karakterisasi CaO yang diperoleh dilakukan menggunakan spektrofotometer sinar X (XRD), Fourier Transform Infra-Red (FTIR), serta Energy Disspersive x-ray (EDX). Pada uji XRD, untuk mengidentifikasi fase kristal dan kekristalan katalis dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 0,15406 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 mA, 2θ 3-80° dan kecepatan *scan* 4.000 deg/menit.

Selain uji instrumental, analisis kebasaaan padatan dilakukan secara volumetrik. Sebanyak 0,1 gram CaO yang dilarutkan dengan 50 mL asam fospat 1 M dan diaduk selama semalam kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,5 M dan indikator PP. Kebasaan padatan dihitung sebagai mmol asam fosfat yang teradsorpsi terhadap massa (g) CaO.

c. Uji aktivitas pada konversi biodiesel

Reaksi konversi biodiesel dari minyak dedak padi menggunakan katalis CaO dilakukan dengan mencampurkan katalis dengan 20 mL minyak dedak padi serta 80 mL metanol. Campuran dipanaskan dalam system reflux selama 5 jam. Setelah

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

prosesnya selesai, produk biodiesel dipisahkan melalui corong pisah dengan penambahan akuades serta n-heksana. Biodiesel yang diperoleh kemudian diukur volume dan beratnya, sedangkan katalis CaO yang telah digunakan dicuci menggunakan 10 mL alkohol teknis lalu disaring menggunakan kertas saring, lalu di oven.

Analisis terhadap biodiesel hasil dilakukan menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GCMS). Instrumen GCMS yang digunakan adalah GCMS Shimadzu. Kolom GCMS yang digunakan adalah TG-5MS.

Variasi berat katalis dilakukan pada 1, 2 dan 4 gram. Sebagai perbandingan dengan penggunaan katalis homogeny, konversi biodiesel juga dilakukan menggunakan katalis NaOH dengan berat 2 g.

Hasil dan Pembahasan

a. Karakterisasi CaO

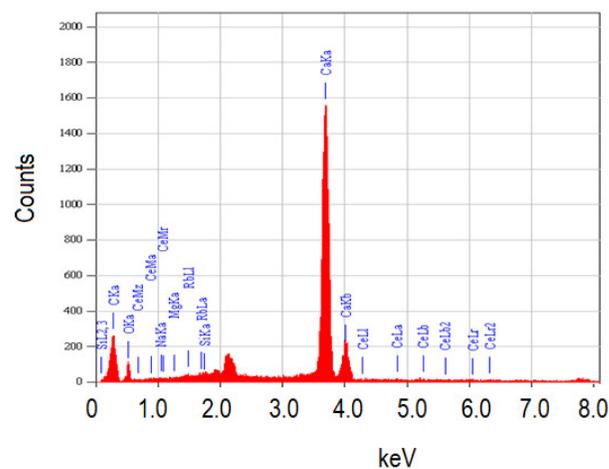
Mengacu beberapa penelitian menggunakan cangkang hewan, kalsinasi CaO merupakan produk utama yang diharapkan dihasilkan dari kalsinasi menurut persamaan reaksi (1):



Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

(Fatmawati dkk.)

Adanya CaO sebagai komponen dominan pada hasil kalsinasi dapat diketahui dari profil EDX dan komposisi pada Gambar 1 dan Tabel 2.



Gambar 1. Spektra EDX CaO

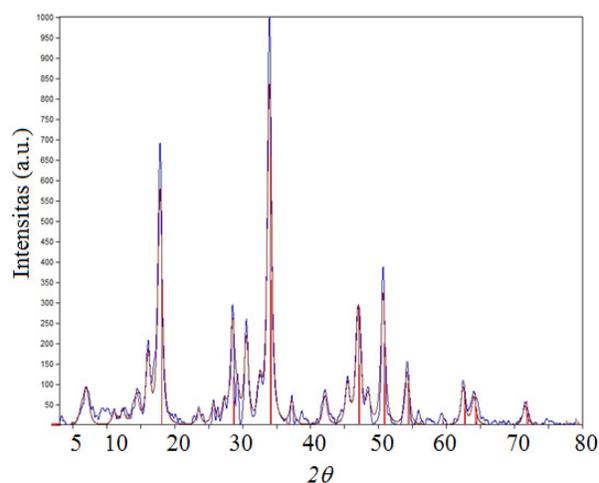
Tabel 2. Kandungan Unsur pada Katalis CaO

Unsur	keV	% Massa
C	0,277	14,61
O	-	24,36
Na	1,041	0,09
Mg	1,253	0,13
Si	1,739	0,16
Ca	3,690	60,01
Rb	1,694	0,16
Ce	4,837	0,50
Total		100

Berdasarkan data pada spectrum EDX diperoleh bahwa Ca merupakan unsur dominan dari CaO yang diperoleh.

Komponen lain sebagai pengotor dari material adalah Na, Mg, Si, Rb dan Cs dalam jumlah yang tidak signifikan.

Keberadaan Ca sebagai komponen dari CaO diidentifikasi menggunakan XRD dan difraktogram disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pola XRD CaO

Hasil pola difraksi dari preparasi cangkang keong dicocokkan dengan pola difraksi CaO murni dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) sebagai pembanding. Pola difraksi cangkang keong yang telah di dekomposisi dibandingkan dengan CaO murni dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS).

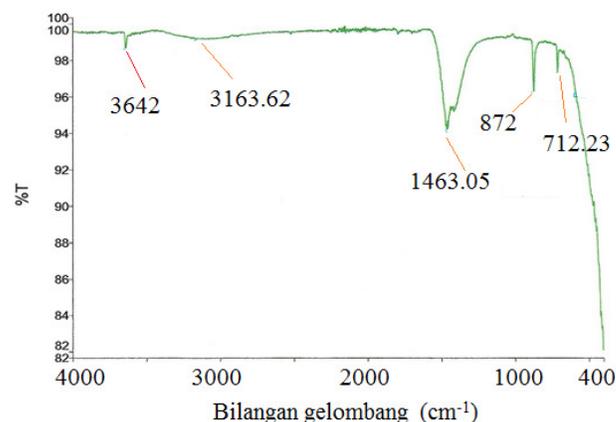
Dari pola XRD yang diperlihatkan pada Gambar 2, diperoleh adanya puncak-puncak difraksi CaO dari cangkang keong sawah yang sudah dikalsinasi pada sudut

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

(Fatmawati dkk.)

2θ : 33,9°; 47,01°; 54,13°; dan 62,46° yang sesuai dengan data JCPDS 82-1691. Pola difraksi lain muncul pada 2θ : 17,8°; 28,4°; 64,02° yang merupakan puncak karakteristik dari Ca(OH)_2 sesuai dengan data JCPDS 01-073-5492. Pola difraksi yang lain juga muncul pada sudut 2θ : 16,09°; 30,53°; 50,64° yang diketahui merupakan puncak dari kristal CaCO_3 yang cocok dengan data JCPDS 47-1743. Pola-pola tersebut mengindikasikan bahwa konversi komponen menjadi CaO belum sempurna (Nurhayati dkk., 2016).

Adanya konversi belum sempurna didukung dengan data FTIR pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektrum FTIR CaO

Katalis CaO hasil kalsinasi juga dianalisis pada bilangan gelombang antara 4000-400 cm^{-1} . Dari spektra FTIR pada Gambar 3 diketahui bahwa pada bilangan gelombang 3642,82 cm^{-1} menunjukkan

adanya ikatan O-H. Gugus O-H dengan puncak yang tajam merupakan karakteristik dari CaO standar (Ruiz dkk., 2009). Kemunculan gugus O-H pada bilangan gelombang 3642,82 cm^{-1} dimungkinkan berasal dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang memiliki karakteristik puncak yang tajam pada daerah 3643 cm^{-1} karena CaO dikenal memiliki sifat higroskopis sehingga sangat mudah menyerap uap air dan udara (Granados dkk., 2007). Pita yang muncul pada bilangan gelombang 1463,05 cm^{-1} identik dengan ikatan -O-C-O dari karbonat, hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Granados dkk. (2007) bahwa pita pada bilangan gelombang gelombang 1479 cm^{-1} dan 1419 cm^{-1} terdapat adanya ikatan O-C-O monodentat pada permukaan CaO. Selain itu Pita yang muncul pada bilangan gelombang 872,56 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk dari gugus karbonat (Granados dkk., 2007) yang diperkuat dengan munculnya pita pada bilangan gelombang 712, 23 cm^{-1} yang menunjukkan adanya dari ikatan Ca-O.

Hasil uji kebasaaan menunjukkan bahwa nilai kebasaaan padatan adalah 572mg/g. Nilai ini cukup besar dan

dibutuhkan dalam mekanisme katalisis transesterifikasi dengan katalis basa.

b. Uji aktivitas pada konversi biodiesel

Pengujian aktivitas katalis pada konversi biodiesel dilakukan dengan perbandingan molar metanol terhadap minyak adalah 15:1 dengan asumsi komponen utama adalah asam palmitat. Penggunaan rasio molar yang cukup tinggi bertujuan untuk menjamin adanya reaksi kesetimbangan pada reaksi transesterifikasi ke arah produk.

Indikator aktivitas katalis dihitung menggunakan prosentase yield sesuai persamaan (2):

$$\text{Yield (\%)} = \frac{m_{\text{biodiesel}} \times f}{m_{\text{minyak}}} \times 100\% \quad (2)$$

Dengan $m_{\text{biodiesel}}$ dan m_{minyak} berturut-turut adalah massa biodiesel dan massa minyak (g) dan f adalah faktor kemurnian yang diperoleh dari analisis GCMS.

Hasil pengujian variasi berat katalis terhadap yield disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil konversi biodiesel

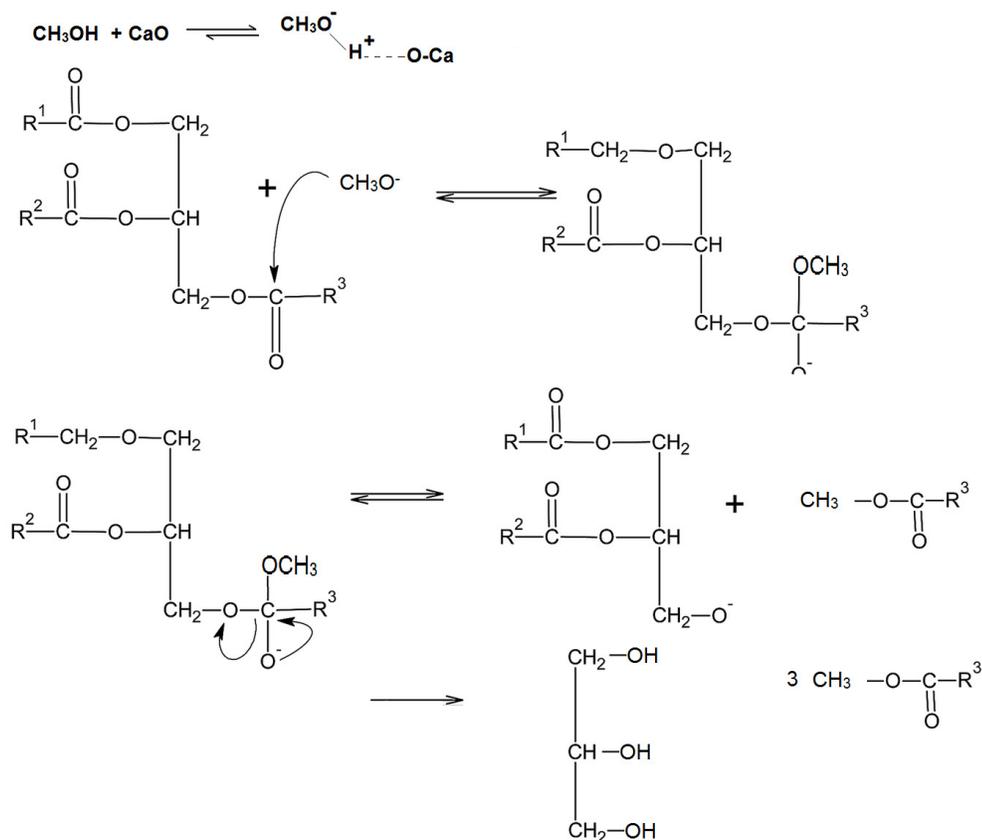
Katalis/Berat	Volume Rendemen (mL)	Berat (gram)	Yield (%)
CaO/ 1g	12,4	24,991	100
CaO/2g	13,9	24,070	100
CaO/4g	11,6	23,611	100
NaOH/2g	8,3	6,694	33,47

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

Dari Tabel 3 terlihat bahwa terjadi fluktuasi hasil rendemen dilihat dari massa dan volumenya. Namun demikian, dari perhitungan yield semua variasi memberikan nilai 100% oleh karena massa biodiesel yang diperoleh memenuhi massa maksimal. Hal ini didukung dengan data bahwa variasi berat pada rentang 1-4 g atau setara 2,5-10% terhadap massa minyak tidak berpengaruh terhadap yield. Hal ini

menunjukkan bahwa katalis CaO berperan dalam memfasilitasi reaksi. Dibandingkan dengan katalis NaOH, katalis CaO menunjukkan efektivitas lebih tinggi dimana NaOH memberikan yield sebesar 33,47%.

Mekanisme katalisis CaO pada konversi biodiesel dapat terlihat dari persamaan (3).

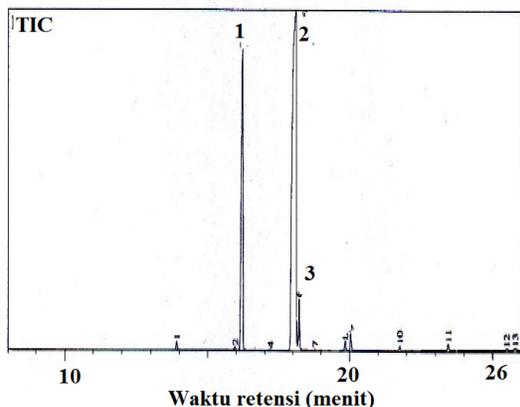


Gambar 3. Mekanisme katalisis CaO pada transesterifikasi (Ruhul dkk., 2015)

Komposisi biodiesel hasil konversi dianalisis menggunakan GCMS dan memberikan hasil sebagaimana disajikan

pada Gambar 4 dan komponen disajikan pada Tabel 4.

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul



Tabel 4. Kandungan metil ester pada biodiesel

Puncak	Waktu retensi	Senyawa	Prosentase area (%)
1	16,206	Metil palmitat	25,05
2	18,098	Metil oktadekanoat	69,02
3	18,222	Metil stearat	2,80

Berdasarkan data komposisi dapat disimpulkan bahwa komponen utama biodiesel yang diperoleh adalah metil oktadekanoat dan metil palmitat, sedangkan metil stearat berada dalam prosentase yang kecil. Komposisi ini menentukan nilai cetan yang merupakan salah satu indikator kualitas biodiesel.

Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa CaO dapat diperoleh dari cangkang keong (*Pilla ampullacea*). Karakterisasi material Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (*Pilla Ampullacea*) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul

(Fatmawati dkk.)

menunjukkan masih adanya komponen Ca lainnya meliputi CaCO_3 dan Ca(OH)_2 . Katalis menunjukkan aktivitas pada konversi biodiesel dari minyak dedak padi. Dari variasi berat katalis 2,5-10% diperoleh bahwa berat tidak berpengaruh signifikan terhadap yield oleh karena yield mencapai 100%.

Pustaka

- Gapur, A., 2014, *Pemanfaatan Cangkang Kerang Hijau, Kerang Darah, dan Remis Sebagai Katalis Heterogen Untuk Produksi Biodiesel*, Penelitian, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau, Pekanbaru.
- Granados, M.L., Poves, M.D.Z., Alonso, D.M., Mariscal, R., Galisteo, F.C., MorenoTost, R., Santamaría, J., dan Fierro, J.L.G., 2007, Biodiesel from sunflower oil by using activated calcium oxide, *Applied Catalysis B: Environmental*, 73, 317–326.
- Hadiyanto, H., Lestari, S.P., Widayat, W., 2016, Preparation and Characterization of Anadara Granosa Shells and CaCO_3 as Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production, *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 11 (1): 21-26.
- Lesbani, A., Tamba, P., Mohadi, R., Fahmariyanti, F., 2013, Preparation Of Calcium Oxide From *Achatina Fulica* As Catalyst For Production Of Biodiesel From Waste Cooking Oil,

Indonesian Journal of Chemistry,
13(2), 176-180.

Mantovani, S.A., 2017, *Pengaruh Jumlah Katalis dan Waktu Reaksi Terhadap Konversi Biodiesel dari minyak Jelantah dengan Katalis CaO dari kulit Telur*, Skripsi, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Surakarta.

Niju, S., Meera, K.M., Begum, S. Anantharaman, N., 2014, Modification of egg shell and its application in biodiesel production, *Journal of Saudi Chemical Society*, 18(5), 702-706.

Nurhayati, Muhdarina, Linggawati, N., Anita, S., dan Amri, T.A., 2016, Preparation and Characterization of Calcium Oxide Heterogeneous Catalyst Derived from Anadara Granosa Shell for Biodiesel Synthesis, *ICoSE Conference on Instrumentation, Environment and Renewable Energy*, 1-8.

Prastyo, H. S, Margaretha, Y. Y., Ayucitra, A., Ismadji, S., 2011, Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Menggunakan Katalis Padat dari cangkang Keong mas (*Pomacea sp.*), *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Ruhul, A. M., Kalam, M. A., Masjuki, H. H., Fattah, R. Reham, S. S., dan Rashed, M. M., 2015, State of the art of biodiesel production processes: a review of the heterogeneous catalyst, *RSC Advance*, 5, 101023-101044.

Setiowati, R., Nurhayati., Linggawati, A. 2014, Produksi Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan

Katalis CaO Cangkang Kerang Darah Kalsinasi 900 °C, *Jurnal Online Mahasiswa*, 1 (2), 383-389.

Wendi., Valentinoh, C., Taslim., 2015. Pengaruh Suhu Reaksi dan Jumlah Katalis Pada Pembuatan Biodiesel dari Limbah Lemak Sapi dengan Menggunakan Katalis Heterogen CaO dari Kulit Telur Ayam. *Jurnal Teknik Kimia USU*, Vol. 4, No. 1.

Pengaruh Berat CaO dari Cangkang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul