SKRIPSI

Oleh: RISA NUR FAIZATUR ROHMAH NIM. 200603110065



PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2024

SKRIPSI

Oleh: RISA NUR FAIZATUR ROHMAH NIM. 200603110065

Diajukan Kepada:

Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2024

SKRIPSI

Oleh: RISA NUR FAIZATUR ROHMAH NIM. 200603110065

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 14 Mei 2024

Pembimbing I

Susi Nurul Khalifah, M.Si NIP. 19851020 201903 2 012 Pembimbing II

Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I NIP. 19890113 202321 1 028

Mengetahui,

Rachmawatt indsit M.Si NIP. 19840811 200801 2 010

SKRIPSI

Oleh: RISA NUR FAIZATUR ROHMAH NIM. 200603110065

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 4 Juni 2024

Ketua Penguji

: Dr. Suci Amalia, M.Sc

NIP. 19821104 200901 2 007

Anggota Penguji I

: Ahmad Hanapi, M.Sc

NIP. 19851225 202321 1 021

Anggota Penguji II

: Susi Nurul Khalifah, M.Si

NIP. 19851020 201903 2 012

Anggota Penguji III

: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

NIP. 19890113 202321 1 028

Mengetahui, etua Program Studi-Kimfa

Rachmawati Migslh, M.S

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Risa Nur Faizatur Rohmah

NIM : 200603110065

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis CaO/γ-Al₂O₃ Dengan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Pada

Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila ini di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 21 Juni 2024 Yang Membuat Pernyataan

Risa Nur Faizatur Rohmah NIM. 200603110065

KATA PENGANTAR

Assalamu`alaikum Wr. Wb

Puji syukur atas kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat, taufiq, serta inayah-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul "SINTESIS CaO/γ-Al₂O₃ DENGAN METODE SONIKASI SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK JARAK" dengan baik.

Sholawat serta salam tak lupa tetap tercurahkan kepada junjungan kita nabi agung Muhammad SAW yang telah menuntuk kita menuju jalan yang terang benerang yakni agama islam. Skripsi adalah salah satu dari rangkaian yang harus ditempuh oleh mahasiswa untuk memperoleh gelar sarjana di Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Skripsi ini disusun tidak luput bantuan dari seluruh pihak yang mendukung penuh sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Oleh sebab itu, pada kesempatan ini penyusun ingin menyampaikan ucapan terimakasih kepada:

- 1. Allah SWT atas limpahan rahmat, taufik, hidayah, serta inayah hingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi dengan baik.
- 2. Kedua Orang tua penyusun yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, serta dukungan baik moril maupun materil yang tidak mungkin dapat terbalaskan oleh apapun.
- 3. Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- 4. Ibu Prof. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- 5. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- 6. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi
- 7. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I selaku pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi
- 8. Seluruh dosen kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, dan wawasannya sebagai pedoman serta bekal bagi penyusun dalam proses penyelesaian skripsi
- 9. Seluruh pihak yang terlibat baik secara langsung maupun tidak langsung yang telah memberikan kontribusi dalam menyelesaikan penelitian skripsi

Tidak ada yang sempurna, salah satunya dalam penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, dengan senang hati penyusun mengharapkan kritik dan saran guna perbaikan dalam penyusunan selanjutnya. Selebihnya, dari segala kekurangan semoga skripsi ini dapat memberikan informasi, manfaat, serta kontribusi positif sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua. *Aamiin ya Robbal `aalamiin*.

Wallahul muwaffiq ila aqwamit tharieq Wassalamualaikum Wr. Wb

Malang, 12 Februari 2024

Penulis

DAFTAR ISI

PERNYA	ATAAN KEASLIAN TULISAN	vii
KATA PE	ENGANTAR	ix
DAFTAR	R ISI	хi
	TABEL	xiii
DAFTAR	CAMBAR	ΧV
DAFTAR	LAMPIRAN	xvii
ABSTRA	NK	xix
ABSTRA	ACT	ХХİ
ملخص البحث		xxiii
D 4 D 1	DENDALIULIAN	
BAB I	PENDAHULUAN	1
	1.1 Latar Belakang	1
	1.2 Rumusan Masalah	4
	1.3 Tujuan Penelitian	4 4
	1.4 Batasan Masalah	4
	1.5 Maniaat Penelitian	4
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	5
	2.1 Katalis CaO/y-Al ₂ O ₃	5
	2.2 Metode Sonikasi	9
	2.3 Reaksi Transesterifikasi Pada Minyak Jarak	11
BAB III	·	4 5
DAD III	METODOLOGI PENELITIAN	15 15
	3.2 Alat dan Bahan	15
	3.2.1 Alat	15
	3.2.2 Bahan	15
	3.3 Rancangan Penelitian	15
	3.4 Tahapan Penelitian	16
	3.5 Cara Kerja	16
	3.5.1 Preparasi Katalis Heterogen CaO/γ-Al ₂ O ₃	16
	3.5.2 Karakterisasi Katalis	16
	3.5.2.1 Karakterisasi Katalis CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan CaO/γ-Al ₂ O ₃	
	Menggunakan XRD	16
	3.5.2.2 Karakterisasi Katalis CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan CaO/γ-Al ₂ O ₃	
	Menggunakan XRF	16
	3.5.2.3 Karakterisasi Katalis CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan CaO/γ-Al ₂ O ₃	
	Menggunakan SAA	16
	3.5.3 Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan	
	CaO/γ-Al ₂ O ₃	17
	3.5.4 Karakterisasi Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi	
	Menggunakan Katalis CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan CaO/γ-Al ₂ O ₃	
	Menggunakan GC-MS	18
	3.5.5 Analisa Data	18
	3.5.5.1 Analisa Data Hasil Karakterisasi CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan	
	CaO/γ-Al ₂ O ₃ Menggunakan XRD	18
	3.5.5.2 Analisa Data Hasil Karakterisasi CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan	
	CaO/γ-Al ₂ O ₃ Menggunakan XRF	19
	3.5.5.3 Analisa Data Hasil Karakterisasi CaO, γ-Al ₂ O ₃ , dan	
	CaO/γ-Al ₂ O ₃ Menggunakan SAA	19
	3.5.5.4 Analisa Data Hasil Karakterisasi Metil Ester dari	
	Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak	40
	Menggunakan GC-MS	19

v	1	1
x	1	1

BAB IV	PEMBAHASAN	2 1
	4.2 Analisis GC-MS Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak	24
BAB V	PENUTUP	37
	5.1 Kesimpulan	37
	5.2 Saran	37
DAFTA	R PUSTAKA	39
LAMPIR	AN	45

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan unsur dalam katalis γ-Al ₂ O ₃ dan KOH/ γ-Al ₂ O ₃ setelah dianalisis	
menggunakan XRF	10
Tabel 2.2 Komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi	13
Tabel 4.1 Kandungan unsur dalam γ-Al ₂ O ₃ dan CaO/γ-Al ₂ O ₃ Hasil XRF	23
Tabel 4.2 Luas Permukaan hasil karakterisasi dengan SAA	24
Tabel 4.3 Komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis	
CaO, y-Al ₂ O ₃ , CaO/ y-Al ₂ O ₃	26

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Sisi Aktif γ-Al ₂ O ₃	5
Gambar 2.2	Struktur molekul γ-Al ₂ O ₃	6
Gambar 2.3	Hasil difraktogram γ-Al ₂ O ₃	6
Gambar 2.4	Interaksi antara Ca-Al pada suhu kalsinasi 500°C	7
Gambar 2.5	Hasil XRD katalis CaO (a)/ γ-Al ₂ O ₃ (b)	8
Gambar 2.6	Efek Kavitasi	.10
Gambar 2.7	Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen KOH	.11
Gambar 2.8	Kromatogram metil ester dari minyak jarak	.12
Gambar 2.9	Spektrum massa metil risinoleat	.13
Gambar 2.10	Pola Fragmentasi Metil Risinoleat	.13
Gambar 3.1	Kurva BET	.17
Gambar 4.1	Difraktogram XRD (a) Standar CaO (JCPDS 017-0912); (b) Standar	
	Ca(OH) ₂ (JCPDS 044-1481); (c) CaO Komersil	.21
Gambar 4.2	Difraktogram XRD (a) Standar γ-Al ₂ O ₃ (JCPDS 010-0425); (b) γ-Al ₂ O ₃	
	komersil; (c) CaO komersil; (d) CaO/γ-Al ₂ O ₃	.22
Gambar 4.3	Dugaan Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO/γ-	
_	Al_2O_3	. 25
Gambar 4.4	Kromatogram produk reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO	. 25
Gambar 4.5	Kromatogram produk reaksi transesterifikasi menggunakan katalis γ-Al ₂ O ₃	.26
Gambar 4.6	Kromatogram produk reaksi transesterifikasi menggunakan katalis	
	CaO/γ-Al ₂ O ₃	.26
Gambar 4.7	Spektra massa senyawa target (metil palmitat) pada waktu retensi	
	15,199	.28
Gambar 4.8	Perkiraan pola fragmentasi metil palmitat pada waktu retensi 15,199	.28
Gambar 4.9	Spektra massa senyawa target (metil linoleat) pada waktu retensi 16,985	.28
Gambar 4.10	Perkiraan fragmentasi metil linoleat pada waktu retensi 16,985	.29
Gambar 4.11	Spektra massa senyawa target (metil oleat) pada waktu retensi 17,040	.30
Gambar 4.12	Perkiraan fragmentasi metil oleat pada waktu retensi 17,040	.30
Gambar 4.13	Spektra massa senyawa target (metil stearat) pada waktu retensi 17,220	.31
Gambar 4.14	Perkiraan fragmentasi metil stearat pada waktu retensi 17,220	.31
Gambar 4.15	Spektra massa senyawa target (metil risinoleat) pada waktu retensi	
	18,999 -19,296	.32
	Perkiraan fragmentasi metil risinoleat pada waktu retensi 18,999-19,296	
	Spektra massa senyawa target (metil miristat) pada waktu retensi 24,515	
Gambar 4.18	Perkiraan fragmentasi metil miristat pada waktu retensi 24,515	.33

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	45
Lampiran 2. Perhitungan	
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi	
Lampiran 4. Perhitungan Hasil Penelitian	
Lampiran 5. Dokumentasi	

ABSTRAK

Rohmah, Risa Nur Faizatur. 2024. **Sintesis CaO/γ-Al₂O₃ Dengan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: Susi Nurul Khalifah, M.Si. Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

Kata Kunci: CaO/γAl₂O₃, sonikasi, katalis, reaksi transesterifikasi, minyak jarak

Peningkatan kinerja katalis dengan pengembanan berhasil dilakukan yakni pengembanan CaO pada γ-Al₂O₃. Proses pengembanan dilakukan menggunakan metode sonikasi. Katalis yang dihasilkan akan digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak jarak. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter katalis CaO/γ-Al₂O₃ yang disintesis menggunakan metode sonikasi dan selektivitas metil ester konversi dari minyak jarak menggunakan katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃.

Sintesis $CaO/\gamma-Al_2O_3$ dilakukan dengan perbandingan 1:4, dimana keberhasilan sintesis dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui struktur dari katalis. XRF digunakan sebagai penunjang karakterisasi untuk mengetahui banyaknya CaO yang berhasilkan diembankan. SAA digunakan untuk mengetahui luas permukaan katalis setelah proses pengembanan. Hasil reaksi transesterifikasi dengan katalis tersebut dianalisis menggunakan GC-MS untuk mengetahui keberhasilan konversi metil ester dari minyak jarak.

Hasil XRD menunjukkan penambahan CaO pada γ -Al $_2$ O $_3$ terdapat perubahan dengan menurunnya puncak difraktogram γ -Al $_2$ O $_3$ dan munculnya puncak baru yang sesuai dengan puncak CaO. Hal ini didukung oleh hasil analisa menggunakan XRF yang menunjukkan kandungan dalam senyawa hasil pengembanan yakni unsur Al sebesar 61,9 % dan Ca sebesar 36,4%. Karakerisasi menggunakan SAA menunjukkan bahwa luas permukaan CaO mengalami peningkatan dan γ -Al $_2$ O $_3$ mengalami penurunan. Hasil transesterfikasi minyak jarak dalam mengonversi metil risinoleat menggunakan katalis CaO sebesar 84,62%, sedangkan menggunakan katalis γ -Al $_2$ O $_3$ sebesar 84,62%, dan katalis CaO/ γ -Al $_2$ O $_3$ 85,82% dengan kelimpahan yang lebih sedikit.

ABSTRACT

Rohmah, Risa Nur Faizatur. 2024. Synthesis of CaO/y-Al₂O₃ Using Sonication Method as a Catalyst in the Transesterification Reaction of Castor Oil. Essay. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Advisor: Susi Nurul Khalifah, M.Si. Advisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

Keywords: CaO/yAl₂O₃, sonication, catalyst, transesterification reaction, castor oil

Improvement of catalyst performance by embedding was successfully carried out, namely the embedding of CaO on γ -Al₂O₃. The embedding process was carried out using the sonication method. The resulting catalyst will be used in castor oil transesterification reaction. The purpose of this study is to determine the character of CaO/ γ -Al₂O₃ catalyst synthesized using sonication method and selectivity of methyl ester conversion from castor oil using CaO, γ -Al₂O₃, and CaO/ γ -Al₂O₃ catalysts.

The synthesis of CaO/γ -Al₂O₃ was carried out in a ratio of 1:4, where the success of the synthesis was analyzed using XRD to determine the structure of the catalyst. XRF was used as supporting characterization to determine the amount of CaO that was successfully embedded. SAA was used to determine the surface area of the catalyst after the embedding process. The results of the transesterification reaction with the catalyst were analyzed using GC-MS to determine the success of methyl ester conversion from castor oil.

XRD results show the addition of CaO to γ -Al $_2$ O $_3$ there is a change with the decrease of γ -Al $_2$ O $_3$ diffractogram peak and the emergence of new peaks corresponding to CaO peak. This is supported by the results of analysis using XRF which shows the content in the compound of the results of the embedding of the element Al by 61.9% and Ca by 36.4%. Characterization using SAA showed that the surface area of CaO increased and γ -Al $_2$ O $_3$ decreased. The result of castor oil transesterfication in converting methyl ricinoleate using CaO catalyst was 84.62%, while using γ -Al $_2$ O $_3$ catalyst was 84.62%, and CaO/ γ -Al $_2$ O $_3$ catalyst was 85.82% with less abundance.

ملخص البحث

رحمة, ريسا نور فائزة الرحمة. ٢٠٢٤ . تخليق CaO/y-Al₂O₃ باستخدام طريقة الصوتيات كعامل حفاز في تفاعل الأسترة التحويلية لزيت الخروع. بحث جامعي. قسم الكيمياء, كلية العلوم والتكنولوجياء, جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولي: سوسي نور الخليفة الماجستير, المشرف الثاني: أوكي باغاس براسيتيو الماجستير

الكلمات الرئيسية: CaO/γ-Al₂O₃ ، الصوتيات، المحفز، تفاعل الأسترة التحويلية، زيت الخروع

تم تنفيذ تحسين أداء العامل الحفاز عن طريق التضمين بنجاح, أي تضمين CaO علي γ وقد تم تنفيذ عملية التضمين باستخدام طريقة الصوتنة. وسيستخدم المحفز الناتج في تفاعل إعادة أسترة زيت الخروع. والغرض من هذه الدراسة هو تحديد خصائص محفز γ -Al₂O₃ الذي تم تصنيعه باستخدام طريقة الصوتيات وانتقائية تحويل إستر الميثيل من زيت الخروع باستخدام محفزات γ -Al₂O₃ و γ -Al₂O₃.

تم إجراء تخليق CaO/ γ-Al₂O₃ بنسبة ٤:١, حيث تم تحليل نجاح التخليق باستخدام XRD لتحديد بنية المحفز. استخدمت التفلور الراديوي XRF كتوصيف داعم لتحديد كمية اكسيد الكالسيوم الذي تم تضمينه بنجاح. تم استخدام SAA لتحديد مساحة سطح المحفز بعد عملية التضمين. تم تحليل نتائج تفاعل الأسترة التبادلية مع العامل الحفاز باستخدام GC-MS لتحديد مدي نجاح تحويل إستر المبثيل من زيت الخروع.

تظهر نتائج XRD أنه عند إضافة CaO إلى $V-Al_2O_3$ يحدث تغير مع انخفاض قمة مخطط الحيود $V-Al_2O_3$ وظهور قمم جديدة تقابل قمة CaO وهذا ما تدعمه نتائج التحليل باستخدام الترددات الراديوية السينية التي تظهر المحتوي في المركب من نتائج التحليل باستخدام الترددات السينية التي تظهر المحتوي في المركب من نتائج تضمين عنصر Al بنسبة N, N, N وبلغت نتائج تحويل زيت الخروع في تحويل التوصيف باستخدام N أن مساحة سطح ل CaO قد زادت و انخفضت N-Al₂O₃ وبلغت نتائج تحويل زيت الخروع في تحويل ريسينوليت الميثيل باستخدام محفزات N-Al₂O₃ بنسبة N-Al₂O₃ بنسبة N-Al₂O₃ وباستخدام محفزات N-Al₂O₃ بنسبة N-Al₂O₃ و ورة أقل.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Gamma alumina (γ-Al₂O₃) adalah bahan yang digunakan pada berbagai bidang, seperti dalam industri otomotif dan petroleum yang digunakan sebagai katalis. Gamma alumina memiliki kekuatan mekanis dan termal yang tinggi (Irawati, 2013; Pradana, 2008). Gamma alumina memiliki luas permukaan yang besar sehingga banyak digunakan sebagai support pada reaksi katalitik dengan menyediakan struktur yang diperlukan oleh katalis, seperti tempat terdispersinya katalis dan memudahkan penebaran situs aktif dengan kontak yang lebih luas. Karakter *Active site* dari γ- Al₂O₃ bersifat asam basa lewis dan basa bronsted yang dapat mempengaruhi selektifitas katalis (Ulfah, 2012; Gutierrez, 2001; Syafrinaldy, 2017). Pada penelitian yang dilakukan oleh Lourentius (2021), luas permukaan spesifik γ- Al₂O₃ sebagai material pendukung sekitar 180 m²/g. Ulfah (2012) mensistesis γ- Al₂O₃ dari boehmite dengan variasi mol menghasilkan luas permukaan yang paling besar 195 m²/g, sama halnya dengan Kosim (2014) yang menghasilkan luas permukaan sebesar 140 m²/g dengan kalsinasi selama 5 jam pada temperatur 700°C.

Kinerja dari γ-Al₂O₃ dapat ditingkatkan dengan penambahan CaO sehingga aktivitas katalitik dari katalis dapat bertambah. Kalsium oksida (CaO) merupakan oksida logam yang dimanfaatkan sebagai katalis basa heterogen yang baik untuk reaksi transesterifikasi dalam produksi biodiesel. Hal tersebut dikarenakan CaO memiliki sifat kebasaan yang tinggi, sehingga meningkatkan kebasaan pada support katalis. Widiarti (2016) menghasilkan luas permukaan katalis CaO sebesar 11,4 m²/g pada sintesisnya, dimana hasil tersebut lebih besar dari hasil penelitian Arzamendi (2008) yakni sebesar 10 m²/g. Adapun kedua hasil sintesis CaO tersebut digunakan sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi biodiesel. CaO memiliki banyak kelebihan diantaranya aktivitasnya tinggi, tidak larut dalam metanol, waktu pakai relatif lebih panjang, dan ekonomis. Menurut Maisyaroh (2019), CaO adalah katalis yang lebih aktif dan sedikit larut pada metanol dibandingkan dengan oksida ataupun hidroksida logam alkali tanah lainnya seperti Ba(OH)₂ dan SrO. Zhu, dkk (2006) menggunakan katalis CaO dalam produksi biodiesel dari minyak jarak pada temperatur 70°C menghasilkan konversi sebesar 93%.

Metode yang digunakan untuk pengembanan diantaranya metode sonikasi, dimana sistem akan dikenakan radiasi ultrasonik pada frekuensi tertentu. Metode sonikasi seringkali diaplikasikan sebab prosesnya yang sederhana dan efesien. Selain itu, metode sonikasi juga dapat memecah kristal besar menjadi ukuran kecil dengan frekuensi gelombang ultrasonik yang tinggi, waktu sintesis dan pengembanan yang lebih singkat (Nairil, 2019). Regnant (2018) berhasil mengembankan KOH/γ-Al₂O₃ melalui metode sonikasi selama 3 jam dengan radiasi ultrasonik sebesar 42 kHz. Keberhasilan tersebut dapat dilihat dari γ-Al₂O₃ sebelum

proses pengembanan tidak mengandung unsur K, sedangkan setelahnya terdapat unsur K. Fikriandini dan Khair (2023) juga berhasil mensintesis katalis ZnO/Zeolit dengan waktu sonikasi selama 30 menit dan gelombang ultrasonik 40 kHz. Setelah dikarakterisasi menggunakan FTIR, dapat diketahui adanya serapan pada panjang gelombang 445 cm⁻¹ yang merupakan daerah regangan Zn-O. Hal tersebut menandakan bahwa ZnO telah terembankan dengan baik pada pori zeolit.

Minyak bumi merupakan bahan fosil yang dijadikan bahan baku dalam pembuatan bahan bakar minyak, bensin, dan banyak produk lainnya. Hal tersebut yang mendorong minyak bumi menjadi sumber energi yang sangat penting sebab presentase yang signifikan terhadap pemenuhan konsumsi energi di dunia. Akan tetapi, produksi minyak bumi selama 10 tahun terakhir mengalami penurunan, dari 346 juta barel menjadi sekitar 283 juta barel. Oleh sebab itu diperlukan perencanaan serta inovasi baru yang dapat mengatasi permasalahan tersebut, diantaranya dengan pengembangan biodiesel. Biodiesel dapat dijadikan sebagai alternatif untuk mengurangi penggunaan bahan bakar fosil yang dapat berpengaruh positif pada berbagai aspek. Biodiesel dinilai memiliki banyak keunggulan seperti bahan baku yang digunakan merupakan senyawa trigliserida yang berasal dari sumber daya hayati, hasil pembakarannya tidak mengandung sulfur sehingga lebih ramah lingkungan, dan mudah terurai di alam (Devita, 2015; Istiningrum, 2018).

Allah S.W.T berfirman dalam Al-Qur`an surat al-baqarah ayat 30:

Artinya: "Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi". Mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui"".

Ayat tersebut menjelaskan mengenai hubungan antara Allah, manusia, dan alam. Dalam kitab tafsir *At-tahrir wa at-Tanwir*, malaikat bertanya mengenai penciptaan manusia sebagai *khalifah*. Kemudian Allah menunjukkan dalam firman-Nya tersebut bahwasannya tugas manusia di bumi yakni untuk mengatur dan menjaga bumi dengan baik (Asyur, 1984). Tugas tersebut merupakan bagian dari pengabdian serta per-ibadatan kepada Sang Pencipta. Sehingga etika yang utama dalam pelestarian alam berlandaskan pada keimanan dan tauhid. Solidaritas dalam Islam tidak terbatas dengan sesama manusia, tetapi juga dengan alam semesta (Said, 2017). Menjaga kelestarian lingkungan merupakan salah satu perwujudan dari menjaga bumi. Adapun upaya dalam pelestarian alam salah satunya dengan pengembangan biodiesel.

Biodiesel dapat dibuat dengan mereaksikan minyak jarak dengan alkohol serta penambahan suatu katalis. Minyak jarak berasal dari tumbuhan jarak pagar yang mengandung kandungan minyak yang tinggi, dimana pada bijinya sebanyak 35% dan 60% pada dagingnya (Oko, 2019). Minyak jarak mengandung asam lemak essensial yang rendah sehingga tidak dapat digunakan sebagai minyak makan dan pangan sebab mengandung racun dari senyawa ester forbol (Purnomo, 2020). Menurut penelitian yang dilakukan Suhartanta (2008), bahan bakar biodiesel dari minyak jarak mempunyai sifat yang cukup baik sehingga dapat memperbaiki torsi motor pada berbagai tingkat rpm, juga pembakaran bahan bakar biodiesel lebih baik dari pada minyak diesel murni (100%).

Proses pembuatan biodiesel dapat melalui reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi (Regnant, 2018; Permana, 2020). Proses reaksi transesterifikasi dilakukan untuk mengeluarkan gliserin dari minyak dan mereaksikan asam lemak bebas dengan alkohol menjadi ester alkohol (Suhartanta, 2008; Dewi, 2015). Penelitian yang dilakukan oleh Fitriana (2018) menggunakan katalis CaO 2% pada reaksi transesterifikasi dengan variasi waktu sonikasi menghasilkan konversi metil ester terbesar pada menit ke-60 yakni 52,3%. Nairoj (2009) menghasilkan konversi sebesar 91,07% dengan menambahkan 3 gram katalis KOH/γ-Al₂O₃ pada transesterifikasi minyak kelapa sawit. Yunarti (2016) mereaksikan katalis CaO/SrO pada transesterifikasi minyak kelapa sawit menghasilkan konversi metil ester sebesar 98%, sama halnya dengan Justo, dkk (2019) yang melakukan reaksi transesterifikasi minyak bunga matahari menggunakan katalis K₂CO₃/γ-Al₂O₃ hasil impregnasi sebesar 5% menghasilkan konversi metil ester sebesar 97,06% setelah 2 jam. Berdasarkan hal tersebut dapat diketahui bahwa proses pengembanan katalis lebih baik dari pada tidak diembankan.

Pada penelitian ini akan dipelajari kinerja katalis CaO yang diembankan pada γ- Al₂O₃ terhadap reaksi transesterifikasi minyak jarak. Proses pengembanan katalis menggunakan metode sonikasi dengan waktu kristalisasi selama 3 jam. Hasil dari sintesis katalis CaO/γ-Al₂O₃ akan dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur dari katalis dan dikarakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Flourescense*) untuk mengetahui banyaknya CaO yang berhasil diembankan ke dalam pengemban γ-Al₂O₃. Sedangkan untuk mengetahui luas permukaan dari katalis CaO/γ-Al₂O₃ dilakukan uji dengan SAA (*Surface Area Analyzer*). Selanjutnya, untuk mengetahui keberhasilan konversi metil ester dari minyak jarak maka digunakan instrumen GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer*).

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini yakni:

1. Bagaimana karakteristik katalis CaO/γ-Al₂O₃ yang disintesis menggunakan metode sonikasi?

2. Bagaimana hasil uji katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ terhadap metil ester yang dikonversi dari minyak jarak?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang harus dicapai dari penelitian ini adalah:

- Mengetahui karakteristik katalis CaO/γ-Al₂O₃ yang disintesis menggunakan metode sonikasi
- 2. Mengetahui hasil uji katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ terhadap metil ester yang dikonversi dari minyak jarak

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah:

- 1. Minyak jarak yang digunakan adalah minyak jarak merek X (sudah melalui proses pengolahan)
- 2. Metode yang digunakan adalah metode sonikasi
- 3. Karakterisasi katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ menggunakan XRD dan SAA
- 4. Karakterisasi katalis CaO/γ-Al₂O₃ menggunakan XRF
- 5. Karakterisasi hasil reaksi transesterifikasi menggunakan GC-MS

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi mengenai sintesis $CaO/\gamma-Al_2O_3$ menggunakan metode sonikasi, serta penggunaan katalis CaO, $\gamma-Al_2O_3$, dan $CaO/\gamma-Al_2O_3$ untuk konversi metil ester dari minyak jarak sebagai bahan baku alternatif pengganti bahan bakar minyak.

BAB II

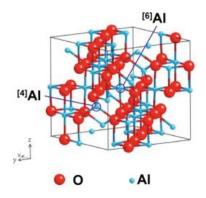
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis CaO/ γ-Al₂O₃

Gamma alumina merupakan kelompok alumina transisi. Senyawa tersebut dapat bertindak sebagai katalis, penyangga katalis maupun adsorben. Hal ini dikarenakan γ -Al₂O₃ mempunyai *surface area* luas yakni rentang 150-300 m²/g, volume pori besar antara 0,5-1 cc/g, dan stabil pada berbagai temperatur reaksi katalisis. Selain itu, γ -Al₂O₃ memiliki selektifitas yang tinggi pada reaksi dehidrasi, mekanisme elusidasi, dan juga karakterisasi *active site* yang bersifat asam dan basa pada permukaan secara katalitik. Pusat asam pada permukaan γ - Al₂O₃ berupa pusat asam lewis (AlO⁻) dan bronsted (Al-OH), yang mana keduanya dapat berpengaruh terhadap selektifitas dan aktivitas katalis (Bahroni, 2019; Ulfah, 2012).

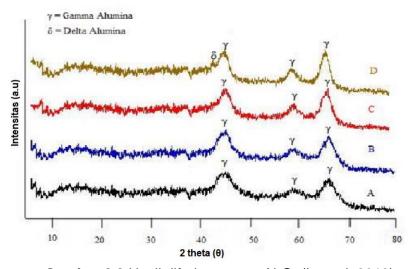
Gambar 2.1 Sisi Aktif γ-Al₂O₃ (Ningrum, 2010)

Sisi asam lewis merupakan sisi yang menerima elektron, dimana koordinasi antar atom alumuniumnya tidak lengkap sebab terjadi dehidrasi saat suhu tinggi serta mengakibatkan anion oksigen terbentuk pada permukaan lainnya sebagai basa lewis. Sedangkan sisi asam bronsted adalah sisi yang mendonor proton (ion Al³+), sisi ini mengadsorpsi molekul air sehingga menurunkan keelektronegatifan dari sisi asam lewis (Sari, 2009). Struktur γ-Al₂O₃ memiliki bentuk spinel yang cacat. Satuan selnya mengandung 32 atom oksigen dalam bentuk *cubic close packed* yang ditandai dengan susunan pola ABC-ABC. Bentuk kemasan rapat kubus (*ccp*) terdiri dari 12 lubang oktahedral dan bentuk tetrahedral sebanyak 8 lubang. Adapun ion Al³+ terletak pada 21¹/₃ lubang tersebut secara acak serta menempati situs oktahedral dan tetrahedral, sedangkan atom oksigen tersusun pada *cubic close packing* (Ningrum, 2010; Regnant, 2018; Tsani, 2011; Samain, 2014). Adapun bentuk strukturnya seperti pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur molekul γ-Al₂O₃ (Kim., 2013)

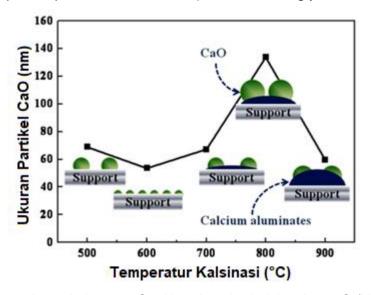
Pemilihan logam yang akan diembankan pada permukaan γ- Al_2O_3 bergantung pada nilai dari *Point of Zero Charge* (PZC) γ- Al_2O_3 . Adapun PZC atau *Point of Zero Charge* γ- Al_2O_3 merupakan keadaan dimana pH dari γ- Al_2O_3 bermuatan nol, maknanya permukaan dari adsorben gamma alumina akan bermuatan netral. Saat pH < PZC maka permukaan γ- Al_2O_3 akan bermuatan positif, sebab terjadi proses protonasi sehingga γ- Al_2O_3 dapat mengadsorpsi adsorbat yang bermuatan negatif. Begitupun sebaliknya, saat pH > PZC maka permukaan γ- Al_2O_3 bermuatan negatif, sebab jumlah ion OH⁻ akan semakin besar sehingga γ- Al_2O_3 dapat mengadsorpsi adsorbat yang bermuatan positif. Adapun PZC dari γ- Al_2O_3 terletak pada kisaran 7-8 (Liberto, 2022; Ningrum, 2010).



Gambar 2.3 Hasil difraktogram γ-Al₂O₃ (Irawati, 2013)

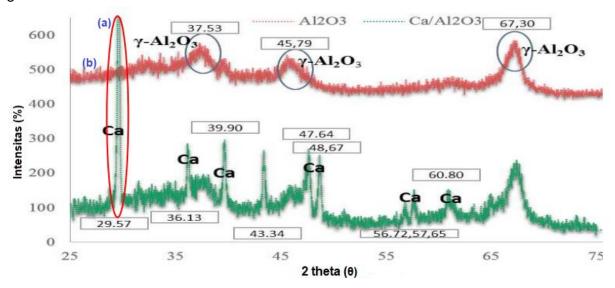
Sintesis γ-Al₂O₃telah dilakukan oleh Irwati (2013) dengan variasi temperatur kalsinasi 500°C, 600°C, 700°C, dan 800°C selama 3 jam menghasilkan perbedaan secara signifikan dari ketajaman puncak berbagai variasi tersebut. Hasil pengamatan berdasarkan difraktogram Gambar 2.3 menunjukkan terjadi peningkatan intensitas dari γ-Al₂O₃ pada kisaran puncak 2θ: 45, 60, dan 67. Hal ini juga menunjukkan bahwa semakin besar temperatur yang diberikan maka semakin tinggi pula puncak yang dihasilkan oleh γ-Al₂O₃.

Suatu katalis dapat ditingkatkan kinerjanya dengan pengembanan katalis logam, salah satunya yakni logam CaO (Savitri, 2016). Kalsium Oksida (CaO) merupakan salah satu jenis katalis heterogen dan memiliki kebasaan yang tinggi. Sebab fungsinya sebagai katalis basa, logam kalsium oksida dapat menurunkan keasaman dan meningkatkan kebasaan pada support γ-Al₂O₃. Selain itu, kebasaan CaO yang tinggi juga membuat oksida ini banyak digunakan sebagai katalis pada proses transesterifikasi minyak menjadi biodiesel. CaO memiliki keunggulan yakni bentuknya yang padat memudahkan proses pemisahan pada akhir reaksi dalam proses pembuatan biodiesel (Oko, 2019; Ningtyas, 2017).



Gambar 2.4 Interaksi antara Ca-Al pada suhu kalsinasi 500°C (Yu, 2011)

Interaksi pada permukaan γ-Al₂O₃ dengan partikel CaO menunjukkan ikatan yang lemah pada suhu kisaran 500°C, sehingga ukuran partikel CaO sekitar 69 nm. Adapun ikatan Ca-Al yang kuat pada suhu 700°C membuat CaO mulai bereaksi dengan γ-Al₂O₃ membentuk kalsium aluminat (Yu, 2011). Katalis CaO/γ-Al₂O₃ dalam beberapa penelitian sebelumnya digunakan sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi untuk konversi minyak jarak menjadi biodiesel, sehingga dapat dikatakan bahwa dukungan dari γ-Al₂O₃ berfungsi untuk menyebarkan basa CaO melalui luas permukaan yang luas. Adanya peningkatan pada luas permukaan dapat meningkatkan adsorpsi dan laju reaksi (Suryanto, 2021). Selain itu, memiliki fungsi utama yaitu menyediakan area permukaan untuk komponen aktif yang bertujuan untuk memperluas kontak antara inti aktif dan reaktan tanpa mengurangi aktivitas instrinsik fasa aktif (Savitri, 2016). Suryanto (2021) telah melakukan pengembanan logam CaO pada support γ-Al₂O₃ menggunakan metode impregnasi, menunjukkan hasil difraktogram katalis CaO/γ-alumina terdapat kemiripan peak dengan γ-Al₂O₃. Hal tersebut menandakan bahwa senyawa Ca dapat terdispersi dengan baik pada support.



Gambar 2.5 Hasil XRD katalis CaO (a)/ γ-Al₂O₃ (b) (Suryanto, 2021)

Telah dilakukan penelitian oleh Regnant (2018) yakni dengan mengembankan KOH/γ-Al₂O₃ menggunakan metode sonikasi. Adapun setelah dikarakterisasi menggunakan XRF dapat diketahui kandungan unsur Al dan K mendominasi, yakni sebesar 32,9 % dan 59,9%. Sedangkan sebelum pengembanan kandungan unsur Al sebesar 88,7% dan belum mengandung unsur K. Hal tersebut menunjukkan bahwa KOH berhasil terembankan pada permukaan γ-Al₂O₃. Selain itu, untuk mengetahui luas permukaan dari suatu katalis dapat dianalisis menggunakan *surface area analyzer* seperti yang dilakukan oleh Supriadi (2021) pada katalis γ-Al₂O₃ terdoping kalium dan kalsium. Adapun didapatkan luas permukaan K/γ-Al₂O₃ dan Ca/γ-Al₂O₃ yakni 34,0 m²/g dan 83,8 m²/g. Luas permukaan yang dihasilkan mengalami penurunan dibanding luas permukaan awal dari γ-Al₂O₃, hal tersebut dapat terjadi sebab adanya permukaan γ-Al₂O₃ yang tertutupi oleh logam. Navas, dkk (2019) juga menganalisis permukaan katalis CaO yang diembankan pada γ-Al₂O₃ serta dimodifikasi dengan MgO secara berurut menghasilkan luas 143 m²/g dan 178 m²/g.

Karakterisasi pada surface area analyzer dilakukan menggunakan metode BET (*Brunauer Emmet Teller*), dimana molekul padatan yang berada pada posisi paling atas akan berada pada kesetimbangan dinamis. Maknanya jika hanya ada satu molekul saja yang melapisi permukaan, maka molekul-molekul gas akan berada dalam kesetimbangan saat fase uap padatan. Sama halnya pada lapisan teratas ketika terdapat dua lapisan atau lebih (Bahroni, 2019). Adapun jumlah lapisan yang teradsorp dapat dilihat dengan persamaan:

$$\frac{P}{W(P_0-P)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{(C-1)}{W_m} \times \frac{P}{P_0}...(2.1)$$

Persamaan tersebut dapat dibuat dengan membuat grafik linear dengan menempatkan $P/V(P_o - P)$ pada sumbu y dan P/P_o dalam sumbu x sehingga didapatkan:

Slope =
$$\frac{(C-1)}{W_m c}$$
....(2.2)

Intercept =
$$\frac{1}{W_m c}$$
....(2.3)

Sehingga diperoleh nilai W_m sebagai berikut:

$$W_{m} = \frac{1}{intercept + slope}$$
 (2.4)

Berdasarkan persamaan 2.4 luas permukaan dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$St = \frac{W_m \times N \times Acs}{M} \tag{2.5}$$

keterangan:

P: Tekanan gas teradsorpsi

P_o : Tekanan jenuh gas yang diadsorp saat percobaan

W : Berat gas yang teradsorp

Wm : Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer (g)

C : Konstanta BET

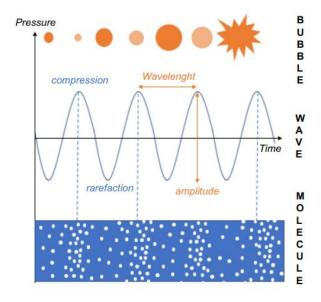
St: luas permukaan sampel (m²/g)

Acs: *Molecular cross section* area dari N₂ (16,2 x 10⁻²⁰ m²)

N : Bilangan Avogadro (6,0225 x 10²³ molekul/mol)

2.2 Metode Sonikasi

Pengembanan suatu katalis dapat menggunakan beberapa metode, salah satunya dengan sonikasi. Sonikasi merupakan metode yang bekerja dengan menggunakan gelombang ultrasonik, lalu diubah menjadi sinyal listrik oleh generator listrik ultrasonik sehingga dapat ditangkap menjadi getaran fisik berupa gelombang ultrasonik. Adapun gelombang ultrasonik tersebut menghasilkan efek kavitasi pada larutan yang mana dapat meyebabkan molekul pada larutan terpecah (Batan, 2015; Zain, 2021). Efek kavitasi mampu menghasilkan suhu dan tekanan tinggi sehingga dapat mempercepat terjadinya reaksi pada suhu sintesis yang relatif rendah. Selain itu juga dapat menghasilkan ukuran partikel yang kecil dan seragam dengan kemurnian yang tinggi. Kavitasi merupakan pembentukan, pertumbuhan, dan pemecahan gelembung dalam larutan (Umam, 2018). Proses kavitasi bermula saat gelombang ultrasonik mengenai larutan sehingga terbentuk gelembung (Gambar 2.6). Gelembung tersebut akan berkembang semakin besar sampai mencapai ukuran maksimum dan pecah dalam waktu singkat menghasilkan panas dan tekanan yang tinggi. Kondisi inilah yang menyediakan energi tinggi guna mengaktivasi suatu reaksi kimia (Atsabiti, 2019; Umam, 2018).



Gambar 2.6 Efek Kavitasi (Vernes, 2020)

Sonikasi pada umumnya dilakukan menggunakan medium cair. Gelombang ultrasonik ditransmisi sehingga memadatkan dan melepaskan struktur pada medium. Tekanan kuat diberikan pada fase yang dilepaskan guna mengantisipasi terjadinya gaya ikat intermolekuler medim fluida yang dapat mengganggu produksi gelembung sangat kecil (Utami, 2017). metode sonikasi menggunakan gelombang ultrasonik yang berada di atas frekuensi gelombang suara yakni kisaran frekuensi 20 KHz-10 MHz (Utami, 2017; Regnant, 2018). Penelitian terkait pengembanan suatu katalis menggunakan metode sonikasi masih sedikit dilaporkan, Regnant (2018) mengembankan katalis KOH pada support γ-Al₂O₃. Proses pengembanan dilakukan dengan mereaksikan KOH dan γ-Al₂O₃ 1:4 (b/b) selama 3 jam serta dikenai radiasi ultrasonik sebesar 42 KHz. Setelah dianalisis menggunakan XRF di dapatkan % konsentrasi unsur kalium lebih besar pada metode sonikasi dibandingkan dengan metode hidrotermal dan impregnasi. Maknanya, katalis KOH dapat terembankan dengan baik pada support.

Tabel 2.1 Kandungan unsur dalam katalis γ-Al₂O₃ dan KOH/ γ-Al₂O₃ setelah dianalisis menggunakan XRF (Regnant, 2018)

Unsur	γ-Al ₂ O ₃ (%)	KOH/γ-Al₂O₃ Impregnasi (%)	KOH/γ-Al ₂ O ₃ Hidrotermal (%)	KOH/γ-Al ₂ O ₃ Sonikasi (%)
Al	88,7	34,8	38,7	32,9
K	-	57,9	54,3	59,9
Ni	3,81	3,84	3,54	3,96
Ca	2,42	-	-	-

2.3 Reaksi Transesterifikasi Pada Minyak Jarak

Minyak jarak merupakan trigliserida dari berbagai asam-asam lemak (Ismarani, 2011). Adapun minyak jarak (*Castor oil*) memiliki komposisi asam lemak diantaranya asam linoleat, asam oleat, asam stearat, dan asam risinoleat dengan konsentrasi terbesar 89,5%, sehingga seringkali disebut trigliserida risinoleat. Asam risinoleat tersusun dari satu ikatan rangkap pada 18 atom karbon serta gugus fungsional hidroksil. Gugus inilah yang menyebabkan sifat kepolaran yang tinggi dibanding asam lemak lainnya dan bertahan pada suhu tinggi atau rendah dalam keadaan cair. Minyak jarak dapat diperoleh dari biji tanaman jarak dengan metode pengempaan panas atau dengan ekstraksi pelarut. Minyak jarak tidak dapat dimanfaatkan sebagai minyak bahan pangan sebab mempunyai sifat beracun, racun tersebut terbentuk dalam betuk risin, risinin dan stabilitas alergen yang dikenal dengan sebutan CB-IA (Atmanegara, 2010; Syah, 2006; Umam, 2018).

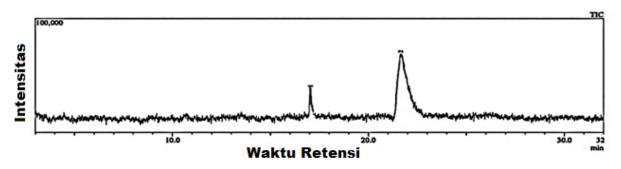
$$CH_{3} \overset{\bullet}{\text{O}} \overset{\bullet}{\text{CH}}_{3} \overset{\bullet}{\text{O}} \overset{\bullet}{\text{CH}}_{3} \overset{\bullet}{\text{O}} \overset{\bullet}{\text{CH}}_{3} \overset{\bullet}{\text{O}} \overset{\bullet}{\text{C}} \overset{\bullet}{\text{C}$$

Gambar 2.7 Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen KOH (Umam, 2018)

Umam (2018) telah melakukan penelitian menggunakan katalis KOH pada proses transesterifikasi terjadi antara katalis basa heterogen dengan metanol (Gambar 2.7). Sisi aktif yang terbentuk pada katalis mendorong terjadinya reaksi dengan metanol yang menghasilkan ion metoksida (reaksi 1). Kemudian ion metoksida menyerang gugus karbonil pada senyawa trigliserida. Penyerangan tersebut menyebabkan ikatan π pada C=O terputus sehingga menghasilkan PEB pada atom O, zat antara, dan atom O yang bermuatan negatif (reaksi 2). Zat antara yang terbentuk menyebabkan senyawa menjadi kurang stabil,

sehingga diperlukan penataan ulang. Ikatan π yang terletak antara atom C dan O pada ikatan rangkap akan terbentuk kembali setelah proses penataan ulang. Lalu ikatan pada atom C akan terputus dari atom O trigliserida sehingga menghasilkan digliserida dan satu molekul metil ester. Selanjutnya atom O negatif pada digliserida akan menyerang H positif dari metanol ataupun dari hasilsamping ion metoksida sehingga memicu pembentukan ion metoksida baru pada atom O negatif (reaksi 3). Reaksi transesterifikasi tersebut terus berlanjut hingga dihasilkan tiga molekul metil ester dan terbentuk gliserol (Lam, 2010; Umam, 2018).

Reaksi Transesterifikasi pada minyak jarak merupakan reaksi antara senyawa trigliserida dengan metanol membentuk metil ester-asam lemak atau fatty acids metil ester (FAME) dan gliserol dengan melibatkan katalis. Dalam produksi biodiesel, metanol menjadi senyawa yang paling sering dipakai sebab harganya yang tidak terlalu mahal dan ketersediaannya melimpah (Sivasamy, 2009). Reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh faktor internal dan eksternal. Faktor internal diantaranya adalah kandungan air, kandungan asam lemak bebas, dan kandungan zat terlarut maupun tidak terlarut yang mempengaruhi reaksi. Faktor eksternal diantaranya adalah suhu, waktu, kecepatan pengadukan, jenis dan konsenterasi katalis serta jumlah rasio molar metanol terhadap minyak (Purnomo, 2020). Penambahan suatu katalis pada proses transesterifikasi dapat membuat reaksi berjalan mendekati suhu titik didih metanol yakni kisaran 60°C - 70°C. Moradi (2015) melakukan reaksi transesterifikasi menggunakan minyak jagung:metanol (1:12) dengan bantuan 6% katalis CaO/y-Al₂O₃ hasil pengembanan metode sol gel, menghasilkan rendemen sebesar 40%. Umam (2018) menambahkan katalis KOH/zeolit pada reaksi transesterifikasi menggunakan minyak jarak:metanol (1:15) pada suhu 60°C selama 5 jam menghasilkan rendemen sebesar 87%. Regnant (2018) telah melakukan reaksi transesterifikasi menggunakan minyak kelapa sawit:metanol (1:15) selama 6 jam pada suhu 60°C dengan bantuan 3 gram katalis KOH/y-Al₂O₃ menghasilkan rendemen produk hasil reaksi sebesar 85,78%. Berdasarkan beberapa penelitian tersebut dapat diketahui penggunaan rasio molar metanol yang lebih banyak terhadap minyak dapat mempengaruhi hasil konversi rendemen. Adapun fungsi katalis dalam reaksi yaitu untuk mempercepat berjalannya reaksi dengan menurunkan energi aktivasinya. Tanpa menggunakan katalis, reaksi transesterifikasi dapat berjalan pada suhu 250°C (Widyastuti, 2007).

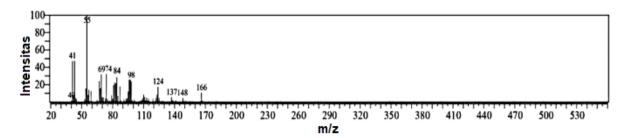


Gambar 2.8 Kromatogram metil ester dari minyak jarak (Zakiyah, 2023)

Hasil reaksi transesterifikasi yang berupa metil ester dapat dianalisa menggunakan instrumen GC-MS. Zakiyah (2023) telah melakukan penelitian biodiesel menggunakan minyak jarak dengan katalis Zeolit NaP mesopori menghasilkan kromatogram pada Gambar 2.8. Adanya 2 puncak dengan intensitas tinggi menandakan bahwa terdapat 2 senyawa yang terkandung di dalam sampel setelah proses transesterifikasi selama 5 jam.

Waktu retensi (menit)	Metil Ester	Area Relatif (%)
17,036	Metil Oleat	5,25
21,301	Metil Risinoleat	94,25

Berdasarkan standart dengan waktu retensi kisaran 21,301 memiliki kemiripan hasil spektra massa dengan metil risinoleat. Hasil spektra massa dari puncak kedua dengan intensitas tertinggi ditunjukkan pada Gambar 2.9. Sedangkan pola fragmentasi dari senyawa target puncak tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.10. Adapun puncak m/z 40, 41, 55, 69, 84, 98, 124, 137, 148, dan 166 berasal dari penataan ulang Mc *Lafferty* dan m/z 55 merupakan *base peak* (Zakiyah, 2023).



Gambar 2.9 Spektrum massa metil risinoleat (Zakiyah, 2023)

Gambar 2.10 Pola Fragmentasi Metil Risinoleat (Zakiyah, 2023)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan November 2023 – Januari 2024 bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik dari UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA di Universitas Negeri Malang, Laboratorium Energi dan lingkungan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember, dan Laboratorium Terpadu di Universitas Islam Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, magnetic stirrer, neraca analitik, corong pisah, *hot plate*, *furnance*, botol aquades, termometer, seperangkat alat penyaring, *X-ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluoroscene* (XRF), *Surface Area Analyzer* (SAA), *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer* (GC-MS).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada percobaan ini adalah minyak jarak komersil, kalsium Oksida (CaO), gamma alumina (γ -Al₂O₃), aquades, metanol, natrium sulfat anhidrat , dan kertas saring.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mensintesis katalis CaO/ y-Al₂O₃ dan mengetahui pengaruh katalis CaO, y-Al₂O₃, dan CaO/ y-Al₂O₃ pada reaksi transesterifikasi minyak jarak. Pertama, sintesis katalis dipreparasi dengan mereaksikan CaO:γ-Al₂O₃ 1:4(b/b) menggunakan metode sonikasi selama 3 jam. Setelah itu katalis hasil sintesis, CaO, dan γ-Al₂O₃ dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dari CaO/y-Al₂O₃, CaO, dan γ-Al₂O₃. Serta menggunakan XRF untuk mengetahui bahwa katalis CaO berhasil diembankan pada pengemban γ-Al₂O₃ juga menggunakan SAA (Surface Area Analyzer) untuk mengetahui luas permukaan dari katalis. Setelah itu, katalis hasil pengembanan CaO/y-Al₂O₃ dari metode sonikasi, CaO, dan y-Al₂O₃ diujikan sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan waktu reaksi selama 5 jam pada suhu 60°C dan jumlah masing-masing katalis sebanyak 0,5% berat minyak (b/b) dengan perbandingan rasio molar metanol:minyak (1:15). Hasil reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis dikarakterisasi menggunakan GC-MS untuk mengetahui besar persen metil ester yang berhasil dikonversi dari minyak jarak.

3.4 Tahapan Penelitian

Adapun tahapan penelitian yang dilakukan sebagai berikut:

- 1. Sintesis katalis CaO/γ-Al₂O₃ dengan metode Sonikasi
- 2. Karakterisasi CaO, γ-Al₂O₃, CaO/γ-Al₂O₃ menggunakan XRD dan SAA
- 3. Karakterisasi CaO/y-Al₂O₃ menggunakan XRF
- 4. Reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO, y-Al₂O₃, dan CaO/y-Al₂O₃
- 5. Karakterisasi hasil reaksi transesterifikasi menggunakan GC-MS
- 6. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Katalis Heterogen CaO/y-Al₂O₃ (Regnant, 2018)

Proses pengembanan katalis CaO pada pengemban γ -Al₂O₃ dilakukan dengan mereaksikan CaO dan γ -Al₂O₃ dengan perbandingan CaO/ γ -Al₂O₃(b/b) 1:4 yaitu 2,5 gram CaO :10 gram γ -Al₂O₃ dalam 100 mL aquades. Reaksi dilakukan pada suhu ruang dibantu pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam alat sonikator dan dikenai radiasi ultrasonik sebesar 42 KHz selama 3 jam. Kemudian dikeringkan selama 12 jam pada suhu 120°C dan dikalsinasi selama 3 jam dengan suhu 500°C.

3.5.2 Karakterisasi Katalis

3.5.2.1 Karakterisasi Katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan XRD (Bahroni, 2019)

Sampel CaO, γ -Al₂O₃, dan CaO/ γ -Al₂O₃ dikarakterisasi menggunakan XRD. Sampel dihaluskan sampai menjadi serbuk halus, lalu ditempatkan preparat dan dipres dengan alat pengepres. Selanjutya, ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X menggunakan radiasi Cu Kɑ sebesar 1,541 Å dengan sudur 2 θ sebesar 10-90° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

3.5.2.2 Karakterisasi Katalis CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan XRF (Regnant, 2018)

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan pada sampel katalis CaO/γ-Al₂O₃ dengan menempatkan sebanyak 5 mg CaO/γ-Al₂O₃ di dalam sampel holder sinar-X.

3.5.2.3 Karakterisasi Katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan SAA (Mega, 2017)

Surface area analyzer bekerja menggunakan prinsip degassing dan analyzing. Proses degassing dilakukan dengan menghilangkan gas-gas yang terserap dalam kondisi vacuum selama 3 jam. Lalu 0,1 gram sampel dimasukkan ke dalam batang kuarsa dan diletakkan pada sampel holder. Kemudian dituangkan nitrogen cair ke dalam tabung untuk proses analisis, sehingga didapatkan data berupa luas permukaan secara spesifik. Adapun data tersebut digunakan pada persamaan berikut:

$$\frac{P}{W(P_0-P)} = \frac{1}{W_mC} + \frac{(C-1)P}{W_m CP}(3.1)$$

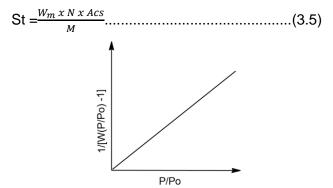
Slope =
$$\frac{(C-1)}{W_m c}$$
....(3.2)

Intercept =
$$\frac{1}{W_m c}$$
....(3.3)

Selanjutnya persamaan tersebut diplotkan pada Gambar 3.1. Sehingga diperoleh nilai W_m:

$$W_m = \frac{1}{intercept + slope}....(3.4)$$

Luas permukaan dapat dihitung dengan persamaan berikut:



Gambar 3.1 Kurva BET

dengan keterangan:

P : Tekanan gas teradsorpsi

P_o: Tekanan jenuh gas yang diadsorp saat percobaan

W : Berat gas yang teradsorp

Wm : Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer (g)

C : Konstanta BET

St: luas permukaan sampel (m²/g)

Acs: Molecular cross section area dari N₂ (16,2 x 10⁻²⁰ m²)

N : Bilangan Avogadro (6,0225 x 10²³ molekul/mol)

3.5.3 Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ (Regnant, 2018)

Konversi minyak jarak menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi dengan menambahkan katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ dilakukan dengan mereaksikan metanol dan minyak jarak menggunakan perbandingan rasio mol metanol:minyak jarak 15:1 yaitu 19,8 mL metanol:30 mL minyak jarak dengan jumlah katalis masing-masing sebanyak 0,5% (b/b) pada temperatur 60°C dan pengadukan menggunakan magnetic stirrer 600 rpm selama 5 jam. Lalu, katalis dipisahkan. Kemudian campuran metil ester dan gliserol didiamkan dalam corong pisah hingga terpisah. Setelah terpisah, diambil lapisan atas (metil ester) dan dimurnikan dengan aquades panas sebanyak 10% dari volume minyak dan didiamkan dalam corong pisah hingga terbentuk 2 lapisan. Selanjutnya lapisan atas diambil dan disaring dengan tambahan Na₂SO₄ anhidrat.

3.5.4 Karakterisasi Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikai Menggunakan Katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan GC-MS (Regnant, 2018)

Produk hasil reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan GC-MS yang dikondisikan sebagai berikut:

Jenis Kolom : Rastek RXi-5MS

Panjang Kolom : 30 meter ID : 0.25 mm Gas Pembawa : Helium

Sistem ionisasi : Electron impact

Energi ionisasi : 70 ev Suhu kolom : 80°C Suhu Injektor : 310°C Injection mode : Split : 13.7 kPa Tekanan gas pembawa : 0,5 mL/menit Kecepatan aliran gas

Suhu detektor : 250°C

Instrumen ini digunakan untuk memisahkan campuran senyawa organik menjadi suatu komponen-komponen dan meramalkan struktur kimia dari masing-masing komponen tersebut. Adapun % metil ester dapat dihitung dengan persamaan berikut:

3.5.5 Analisa Data

3.5.5.1 Analisa Data Hasil Karakterisasi CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan **XRD**

Data hasil karakterisasi katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ menggunakan XRD yang diperoleh adalah berupa difraktogram. Kristalinitas katalis ditentukan oleh kemunculan puncak pada daerah 2θ pada difraktogram. Kemudian puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan standar untuk mengetahui kesesuaian katalis CaO, y-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ dengan refrensi. Adapun semakin rendah puncak katalis CaO/γ-Al₂O₃ yang terbentuk pada 2θ dapat dikatakan bahwa CaO telah teremban pada y-Al₂O₃.

3.5.5.2 Analisa Data Hasil Karakterisasi CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan **XRF**

Hasil dari karakterisasi CaO/y-Al₂O₃ menggunakan XRF menghasilkan data berupa difraktogram. Puncak yang muncul pada difraktogram menunjukkan bahwa CaO telah teremban ke dalam γ-Al₂O₃. Tinggi puncak menunjukkan banyaknya CaO yang telah teremban ke dalam γ-Al₂O₃. Guna mempermudah pemahaman mengenai data hasil difraktogram dari analisa XRF akan disajikan dalam bentuk tabel sehingga presentase kadar CaO lebih jelas.

3.5.5.3 Analisa Data Hasil Karakterisasi CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ Menggunakan SAA

Karakterisasi dengan SAA (*Surface Area Analyzer*) pada sampel katalis menghasilkan data yang dapat dihitung menggunakan persamaan BET sehingga dapat diketahui luas permukaan dari material, sehingga dapat dianalisa pengaruh pengembanan logam CaO pada γ-Al₂O₃ terhadap luas permukaan katalis.

3.5.5.4 Analisa Data Hasil Karakterisasi Metil Ester dari Reaksi Transeterifikasi Minyak Jarak Menggunakan GC-MS

Data hasil karakterisasi metil ester hasil dari reaski transesterifikasi minyak jarak menggunakan GC-MS yang diperoleh adalah berupa kromatogram. Puncak yang muncul pada kromatogram dicocokkan dengan standar untuk mengetahui spektrum massa dan pola fragmentasi dari metil ester yang telah terbentuk dari reaksi transesterifikasi minyak jarak dengan bantuan katalis CaO, y-Al₂O₃, dan CaO/y-Al₂O₃.

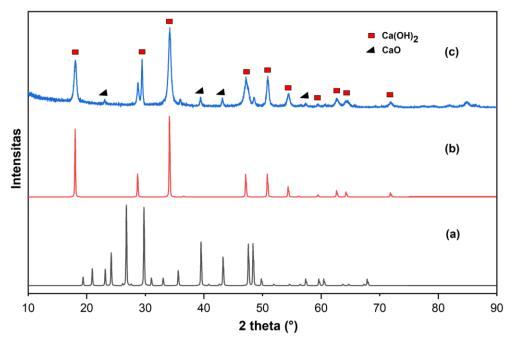
BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Karakteristik CaO/γ-Al₂O₃ Hasil Sintesis Dengan Metode Sonikasi

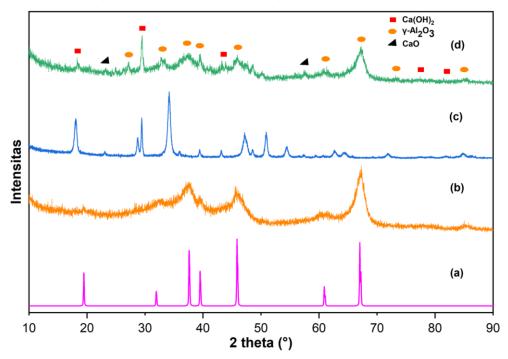
Metode sonikasi menggunakan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler dengan memberikan perlakuan ultrasonik pada suatu sistem. Sonikasi juga menyebabkan efek kavitasi dimana hal ini mempercepat proses pengembanan inti aktif dibandingkan dengan metode lainnya. Sintesis dilakukan melalui empat tahap yakni pelarutan CaO dan γ-Al₂O₃ (1:4 (b/b)) dalam pelarut air, sonikasi, evaporasi, dan kalsinasi. Reaksi antara CaO dengan γ-Al₂O₃ menyebabkan terjadinya interaksi secara fisik antar keduanya.

Proses pemanasan (kalsinasi) CaO yang diembankan pada γ-Al₂O₃ digunakan untuk menghilangkan zat volatil dari CaO dan menghilangkan kandungan air dari permukaan suatu katalis. Pemilihan suhu kalsinasi dapat berpengaruh terhadap karakteristik struktur suatu material yakni ketika material dipanaskan maka terjadi peningkatan energi yang menyebabkan atom-atom akan bergerak pada jarak yang lebih besar. Yu (2011) melakukan variasi suhu kalsinasi menghasilkan ukuran partikel CaO sebesar 69 nm dengan interaksi CaO-Al terjadi secara lemah pada suhu 500°C, sedangkan pada suhu 600°C interaksi terjadi secara kuat akan tetapi ukuran partikel mengalami penurunan menjadi 54 nm, dan pada suhu 700°C interaksi CaO-Al menjadi lebih kuat lagi sehingga CaO mulai bereaksi dengan γ-Al₂O₃ membentuk kalsium aluminat. Oleh sebab itu, penelitian ini telah menggunakan suhu 500°C sehingga proses pengembanan hanya berikatan secara fisik saja.



Gambar 4.1 Difraktogram XRD (a) Standar CaO (JCPDS 017-0912); (b) Standar Ca(OH)₂ (JCPDS 044-1481); (c) CaO Komersil

Pada Gambar 4.1 didapatkan difraktogram dari CaO komersil memiliki kemiripan puncak dengan standar Ca(OH)₂ dan CaO. Hal ini dapat terjadi sebab CaO yang bersifat higroskopis memungkinkan menyerap uap air dari udara sehingga membentuk senyawa Ca(OH)₂. Hal ini sesuai dengan penelitian Widiarti (2017) yang menyebutkan bahwa Ca(OH)₂ dapat terbentuk karena CaO mudah bereaksi dengan H₂O dari udara setelah proses kalsinasi. Selain itu, suhu kalsinasi CaO dapat berpengaruh terhadap proses pembentukan senyawa CaO. Nordin (2015) melakukan variasi temperatur kalsinasi pembentukan CaO, didapatkan hasil variasi terbaik pada suhu 800°C.



Gambar 4.2 Difraktogram XRD (a) Standar γ -Al₂O₃ (JCPDS 010-0425); (b) γ -Al₂O₃ komersil; (c) CaO komersil; (d) CaO/ γ -Al₂O₃

Struktur dan kritalinitas dari hasil pengembanan dengan kalsinasi 500°C dapat diketahui dengan analisa XRD. Selain itu, penggunaan XRD juga dapat mengetahui bahwa CaO dan γ-Al₂O₃ hanya berikatan secara fisik sehingga tidak membentuk senyawa baru. Keberhasilan dalam modifikasi CaO terhadap γ-Al₂O₃ dapat dilihat dari puncak-puncak pada difraktogram hasil sintesis dibandingkan dengan sebelum proses pengembanan. Pada Gambar 4.2 menunjukkan hasil difraktogram dari CaO komersil, γ-Al₂O₃ komersil, dan CaO/γ-Al₂O₃. Adapun setelah penambahan CaO pada hasil difraktogram γ-Al₂O₃ menunjukkan kristalinitas γ-Al₂O₃ mengalami penurunan yang disebabkan oleh CaO yang menempel pada sisi aktif permukaan dari γ-Al₂O₃ (Lampiran 3.1.5). Keberhasilan pengembanan CaO/γ-Al₂O₃ ditandai dengan munculnya puncak baru pada 2θ= 18°, 23°, 29°, 73°, 81° yang sesuai dengan punyak CaO komersil. Selain itu juga ditandai dengan intensitas puncak difraktogram yang berkurang pada γ-Al₂O₃, yakni daerah 2θ = 38°, 46°, dan 67°. Berdasarkan difraktogram Gambar 4.2 menunjukkan bahwa proses kalsinasi 500°C tidak membentuk senyawa baru. Hal ini juga diperkuat dengan hasil penelitian yang

telah dilakukan Yu (2011) yang menyatakan bahwa pada suhu kisaran 500°C interaksi CaO pada permukaan γ-Al₂O₃ menunjukkan ikatan yang lemah sehingga hanya berikatan secara fisik dan tidak membentuk senyawa lainnya seperti kalsium aluminat (Lampiran 3.1.4). Selain itu hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/ γ-Al₂O₃ bersifat kristalin yang kurang reaktif daripada amorf. Hal ini ditandai dengan munculnya peak dari masing-masing senyawa, dimana semakin tinggi dan sempit suatu peak menunjukkan sifat kristalinitas semakin besar.

Adapun keberhasilan dari pengembanan juga dikonfirmasi dengan analisa menggunakan XRF. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan XRF pada Tabel 4.1, terlihat bahwa kandungan Al dalam senyawa γ-Al₂O₃ sebesar 95,3%, sedangkan setelah pengembanan terjadi penurunan menjadi 61,9% dan unsur Ca sebesar 1,1% yang mengalami peningkatan menjadi 36,4%. Adanya peningkatan pada jumlah komposisi dari unsur Ca setelah pengembanan sesuai dengan semakin banyaknya jumlah logam CaO yang ditambahkan. Terjadinya penurunan kandungan Al dan peningkatan unsur Ca setelah pengembanan memperkuat hasil analisis sebelumnya yang menyatakan bahwa CaO berhasil terembankan dengan baik dalam γ-Al₂O₃.

Tabel 4.1 Kandungan unsur dalam γ-Al₂O₃ dan CaO/γ-Al₂O₃ Hasil XRF

Unsur	γ-Al ₂ O ₃ (%)	CaO/ γ-Al₂O₃ (%)
Al	95,3	61,9
Р	2,0	0,78
Ca	1,1	36,4
Cr	0,17	0,13
Mn	0,13	0,08
Fe	0.30	0,22
Ni	0,06	0,01
Cu	0,10	0,10
Zn	-	0,04
Ga	0,16	0,07
Yb	-	0,2
Re	-	0,08
Sc	0,02	-
Pr	0,51	-

Selanjutnya hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA) untuk mengetahui luas permukaan dari katalis. Pada suatu katalis, luas permukaan merupakan sifat yang penting sebab dapat digunakan untuk mengetahui aktivitas dan selektivitas (Mega, 2017). Pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa luas permukaan γ-Al₂O₃ setelah proses pengembanan mengalami penurunan menjadi 65,9 m²/g, sedangkan CaO mengalami peningkatan luas permukaan setelah adanya proses pengembanan. Penurunan pada luas permukaan γ-Al₂O₃ dapat disebabkan karena adanya logam CaO yang menutupi permukaan dari γ-Al₂O₃. Supriadi (2021) melaporkan bahwa pengembanan logam CaO pada γ-Al₂O₃ dapat menyebabkan luas permukaannya menurun, sebab ukuran molekul

CaO (9 nm) yang lebih besar dari ukuran pori γ-Al₂O₃ (4 nm) dan penyebaran CaO yang tidak merata.

Tabel 4.2 Luas Permukaan hasil karakterisasi dengan SAA

Katalis	Luas Permukaan (m²/g)	
CaO	6,611	
γ-Al ₂ O ₃	126,187	
CaO/ γ-Al ₂ O ₃	65,900	

4.2 Analisis GC-MS Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak

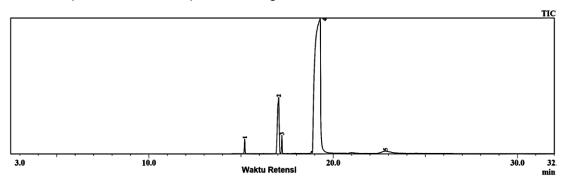
Katalis CaO, γ-Al₂O₃, CaO/γ-Al₂O₃ yang telah dianalisis selanjutnya digunakan untuk katalis pada reaksi transesterifikasi minyak jarak. Reaksi transesterifikasi dilakukan menggunakan reaktor sederhana pada temperatur 60°C selama 5 jam dengan perbandingan molar minyak jarak dan metanol 1:15. Adapun penggunaan perbandingan rasio metanol lebih besar dibandingkan minyak jarak bertujuan agar dapat menghasilkan produk metil ester yang lebih banyak. Perbandingan jumlah molar metanol yang lebih besar akan menggeser reaksi ke arah produk sehingga dapat menghasilkan produk yang lebih maksimal.

Produk metil ester dari minyak jarak setelah proses transesterifikasi masih bercampur dengan produk samping lainnya seperti gliserol, sehingga perlu dipisahkan. Produk yang dihasilkan sebelum dipisahkan masih membentuk 2 lapisan yakni lapisan atas berupa metil ester, lapisan bawah berupa gliserol dan sisa katalis. Pemurnian lapisan atas dapat dilakukan menggunakan aquades panas. Proses pemurnian menghasilkan dua lapisan, lapisan atas yakni produk metil ester dan lapisan bawah berupa gliserol sisa dan air. Pemurnian dilakukan secara berulang untuk memaksimalkan pemisahan produk dengan gliserol. Sisa air pada produk dapat diikat dengan penambahan Na₂SO₄ anhidrat. Proses pemisahan tersebut berdasarkan ekstraksi cair-cair, dimana gliserol yang berfasa polar akan larut dalam aquades, sedangkan metil ester dan minyak yang berfasa non polar tidak akan ikut larut.

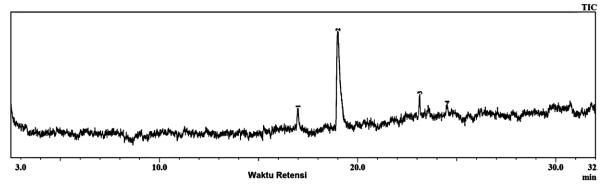
Reaksi transesterifikasi berlangsung dengan adanya reaksi antara katalis basa heterogen dengan metanol. Proses ini juga berlangsung dengan pengadukan kuat yang mempercepat proses adsorpsi trigliserida dari metanol dan minyak jarak pada permukaan katalis. Sisi aktif dari katalis basa heterogen CaO yang bereaksi dengan metanol sehingga menghasilkan ion metoksida yang akan menyerang gugus karbonil C=O pada senyawa trigliserida. Sehingga mampu menghasilkan produk metil ester dan produk samping gliserol. Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa heterogen CaO diilustrasikan pada Gambar 4.3.

Gambar 4.3 Dugaan Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO/γ-Al₂O₃

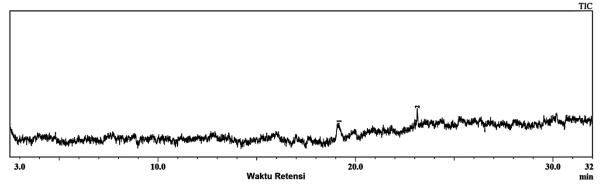
Selanjutnya produk metil ester dianalisis menggunakan kromatografi gas untuk mengetahui senyawa yang terkandung di dalamnya, serta spektroskopi massa untuk mempermudah mengetahui jenis senyawa yang dihasilkan dengan nilai m/z dari hasil fragmentasi. Adapun jenis komponen dari senyawa dapat diketahui dengan membandingkan hasil spektroskopi massa senyawa yang ditargetkan dengan spektrometri standar dari WILLEY7. LIB. Hasil karakterisasi menggunakan GC-MS dengan variasi katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ sebagai berikut:



Gambar 4.4 Kromatogram produk reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO



Gambar 4.5 Kromatogram produk reaksi transesterifikasi menggunakan katalis γ-Al₂O₃



Gambar 4.6 Kromatogram produk reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO/γ-Al₂O₃ Berdasarkan hasil kromatogram pada reaksi transesterifikasi minyak jarak menggunakan katalis CaO pada Gambar 4.4 menunjukkan adanya 5 puncak dengan intensitas tinggi. Hal ini menandakan bahwa terdapat 5 senyawa yang terkandung dalam sampel. Puncak tertinggi berada pada puncak keempat yang merupakan kandungan terbesar dalam sampel. Sedangkan hasil kromatogram menggunakan katalis γ-Al₂O₃ menghasilkan 4 puncak yang ditunjukkan pada Gambar 4.5. Adanya puncak-puncak tersebut menandakan adanya 4 senyawa di dalam sampel dengan puncak tertinggi pada puncak ketiga. Sedangkan hasil kromatogram pada transesterifikasi menggunakan katalis CaO/γ-Al₂O₃ pada Gambar 4.6 terdapat 2 puncak yang menandakan adanya 2 senyawa dalam sampel.

Tabel 4.3 Komposisi metil ester hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO, γ -Al₂O₃, CaO/ γ -Al₂O₃

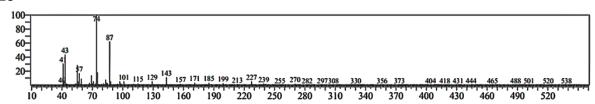
Katalis [0,5 %(b/b)]	Waktu Retensi (menit)	Metil Ester	Area Realtif (%)
CaO	15,199	Metil Palmitat	1,01
	17,040	Metil Oleat	10,75
	17,220	Metil Stearat	1,33
	19,296	Metil Risinoleat	84,63
γ-Al ₂ O ₃	16,985	Metil Linoleat	9,36
	18,999	Metil Risinoleat	84,69
	24,515	Metil Miristat	1,49
CaO/γ-Al ₂ O ₃	19,164	Metil Risinoleat	85,82

Pada Tabel 4.3 kadar metil risinoleat yang dihasilkan pada variasi katalis hasil pengembanan CaO/γ-Al₂O₃ lebih tinggi dibandingan variasi penggunaan katalis CaO dan γ-Al₂O₃. Berdasarkan GC-MS kadar metil risinoleat sebesar 85,82% dengan penggunaan katalis CaO/γ-Al₂O₃, sedangkan penggunaan katalis CaO dan γ-Al₂O₃ secara berurutan sebesar 84,63% dan 84,69%. Akan tetapi intensitas puncak kromatogram metil risinoleat pada senyawa CaO (Gambar 4.4) menghasilkan puncak yang tinggi, hal ini menandakan bahwa kelimpahan senyawanya lebih banyak dan sama halnya dengan Gambar 4.5 yang menunjukkan puncak metil risinoleat dengan intensitas yang tinggi pada γ-Al₂O₃. Sedangkan intensitas puncak metil risinoleat CaO/γ-Al₂O₃ yang ditunjukkan pada Gambar 4.6 lebih rendah yang menandakan kelimpahan senyawanya lebih sedikit.

Zakiyah (2023) telah melakukan penelitian dan menghasilkan metil risinoleat sebesar 94,75% dan metil oleat 5,25% dengan intensitas puncak yang tinggi pada reaksi transesterifikasi menggunakan minyak jarak. Umam (2018) juga menghasilkan puncak metil risinoleat dengan intensitas tinggi dan kadarnya sebesar 77,14% pada reaksi transesterifikasi minyak jarak. Kemampuan selektivitas dan aktivitas pada suatu katalis bergantung pada jenis katalis yang digunakan. Kurangnya selektivitas dan aktivitas pada katalis hasil pengembanan dapat disebabkan oleh katalis logam yang terdispersi kurang merata pada pengembanan sehingga menurunkan luas permukaan katalis dan dapat menurunkan kinerja dari katalis. Selain itu juga dapat disebabkan oleh jumlah katalis yang digunakan yakni 0,5% (b/b). Marinkovic (2015) melaporkan bahwa adanya peningkatan kelimpahan metil ester setelah menambahkan jumlah katalis pengembanan yang digunakan dari 1% (b/b) menjadi 5%(b/b). Waisi (2016) juga melakukan variasi jumlah % katalis pengembanan dan melaporkan bahwa semakin banyak jumlah katalis pengembanan yang digunakan maka dapat menghasilkan konversi produk metil ester yang lebih tinggi.

Hasil kromatogram transterifikasi menggunakan katalis CaO terdapat senyawa non-metil ester pada puncak kelima yaitu Z-9-Octadecen-1-ol yang merupakan golongan senyawa alkohol sebesar 2,27% dengan waktu retensi 22,833 menit dan m/z 268. Senyawa non-metil ester juga muncul pada kromatogram variasi katalis γ-Al₂O₃ pada puncak ketiga dan CaO/γ-Al₂O₃ puncak kedua. Senyawa tersebut yakni (CAS) squalene berupa senyawa polihidrokarbon dengan rentang waktu retensi 23,129-23,133 menit dan m/z 410 secara berurut sebesar 4,46% dan 14,18%.

Puncak spektra hasil dari spektroskopi massa yang dibandingkan standar WILLEY7.LIB pada waktu retensi 15,199 menit diduga memiliki kemiripan dengan hasil spektra metil palmitat. Hasil spektra metil palmitat ditunjukkan pada Gambar 4.7. Perkiraan pola Fragmentasi ditunjukkan pada Gambar 4.8.

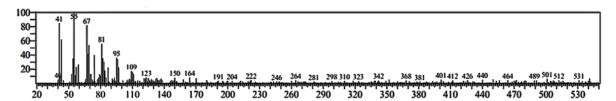


Gambar 4.7 Spektra massa senyawa target (metil palmitat) pada waktu retensi 15,199

Gambar 4.8 Perkiraan pola fragmentasi metil palmitat pada waktu retensi 15,199

Gambar 4.7 menunjukkan spektra massa dari metil palmitat dengan rumus molekul $C_{17}H_{34}O_2$ dan m/z 270. Adapun puncak dasar (*base peak*) terdapat pada m/z 74 yang terbentuk dengan melepaskan $C_{14}H_{28}$. Sedangkan puncak-puncak lainnya dapat terbentuk akibat pemutusan dari ikatan C-C.

Berdasarkan standart WILLEY7.LIB waktu retensi 16,985 menit memiliki kemiripan dengan spektra massa dari metil linoleat. Adapun hasil spektra massa metil linoleat ditunjukkan pada Gambar 4.9. Sedangkan perkiraan pola Fragmentasi ditunjukkan pada Gambar 4.10.

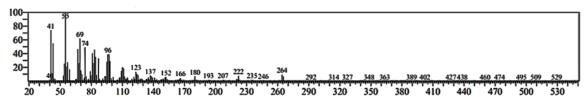


Gambar 4.9 Spektra massa senyawa target (metil linoleat) pada waktu retensi 16,985

Gambar 4.10 Perkiraan fragmentasi metil linoleat pada waktu retensi 16,985

Gambar 4.9 diduga menunjukkan spektra massa dari metil linoleat ($C_{19}H_{34}O_2$) dengan m/z 294. Adapun m/z 67 dalam bentuk $C_5H_7^+$ merupakan puncak dasar yang terbentuk dengan melepaskan $C_{14}H_{27}O_2$. Sedangkan puncak ion molekuler m/z 264 berasal dari pemutusan gugus OCH₃ pada m/z 294 sehingga terbentuk $C_{18}H_{31}O^+$. Selanjutnya ion molekuler m/z 55 terbentuk dari penataan ulang MC Lafferty.

Spektra massa yang ditunjukkan pada Gambar 4.11 memiliki waktu retensi 17,042 menit. Pola spektra yang muncul diduga merupakan metil oleat setelah dibandingkan dengan standar WILLEY7.LIB. Perkiraan pola fragmentasi ditunjukkan pada Gambar 4.12.

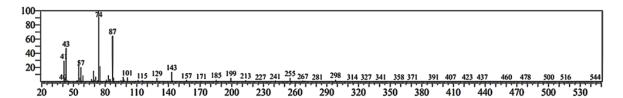


Gambar 4.11 Spektra massa senyawa target (metil oleat) pada waktu retensi 17,040

Gambar 4.12 Perkiraan fragmentasi metil oleat pada waktu retensi 17,040

Berdasarkan spektra massa pada Gambar 4.11 puncak M^+ metil oleat ($C_{19}H_{36}O_2$) dengan m/z 296 tidak teridentifikasi, akan tetapi muncul M^+ pada m/z 264. Hal ini dapat tejadi sebab metil oleat tidak stabil sehingga ketika diuapkan maka langsung terjadi pelepasan ion CH_3OH sehingga puncak ion massa terdeteksi pada m/z 264. Adapun puncak dasar tedapat pada m/z 55 berasal dari $C_4H_7^+$. Puncak m/z 74 terbentuk dari pelepasan gugus $C_{16}H_{30}$ dengan penataan ulang Mc Lafferty sehingga terbentuk $C_3H_6O_2^+$. Sedangkan puncak-puncak lainnya berasal dari pemutusan C-C.

Puncak yang muncul pada waktu retensi 17,220 menit diduga merupakan metil stearat setelah dibandingkan dengan standar WILLEY7.LIB. Hasil spektra massa ditunjukkan pada Gambar 4.13. Sedangkan dugaan fragmentasi ditunjukkan pada Gambar 4.14.

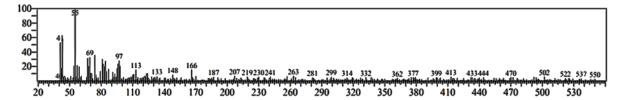


Gambar 4.13 Spektra massa senyawa target (metil stearat) pada waktu retensi 17,220

Gambar 4.14 Perkiraan fragmentasi metil stearat pada waktu retensi 17,220

Pada Gambar 4.13 menunjukkan bahwa senyawa target merupakan metil stearat $(C_{19}H_{38}O_2)$ dengan ion molekuler m/z 298. Adapun puncak dasar terdapat pada m/z 74 yang berasal dari $C_3H_6O_2^+$. Selanjutnya ion m/z 267 yang terbentuk dari $C_{18}H_{35}O^+$. Adapun puncak-puncak lainnya terbentuk dari pemutusan ikatan C-C.

Berdasarkan stadart WILLEY7/LIB spektra dengan rentang waktu retensi 18.999-19,296 menit diduga memiliki kemiripan spektra massa dengan metil risinoleat. Adapun hasil spektra massa ditunjukkan pada Gambar 4.15. Pola fragmentasi ditunjukkan pada Gambar 4.16.

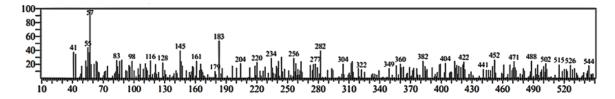


Gambar 4.15 Spektra massa senyawa target (metil risinoleat) pada waktu retensi 18,999 - 19,296

Gambar 4.16 Perkiraan fragmentasi metil risinoleat pada waktu retensi 18,999-19,296

Pada Gambar 4.15 ditunjukkan spektra massa dari metil risinoleat ($C_{19}H_{36}O_3$). Ion molekuler m/z 312 tidak teridentifikasi melainkan muncul m/z 166. Hal ini dapat terjadi sebab metil risinoleat tidak stabil sehingga terfragmentasi secara langsung saat diuapkan menjadi m/z 166. Puncak dasar (*base peak*) terletak pada m/z 55 yang berasal dari C_4H_7 ⁺. Sedangkan puncak-puncak lainnya terbentuk dari pemutusan ikatan C-C.

Puncak spektra massa pada waktu retensi 24,515 menit diduga meupakan metil miristat. Hal ini dapat terjadi sebab adanya kemiripan puncak spektra massa standar setelah dibandingkan dengan WILLEY7.LIB. Adapun spektra massa ditunjukkan pada Gambar 4.17 dan dugaan pola fragmentasi pada Gambar 4.18.



Gambar 4.17 Spektra massa senyawa target (metil miristat) pada waktu retensi 24,515

Gambar 4.18 Perkiraan fragmentasi metil miristat pada waktu retensi 24,515

lon molekuler m/z 242 pada Gambar 4.12 tidak teridentifikasi, akan tetapi muncul pada m/z 183. Hal ini dapat tejrjadi sebab tidak stabilnya metil miristat ($C_{15}H_{30}O_2$) ketika diuapkan sehingga langsung terfragmentasi menjadi m/z 183. Puncak dasar terdapat pada m/z 57 dalam bentuk $C_4H_9^+$. Puncak lainnya m/z 128 berasal dari m/z $C_9H_{20}^+$. Sedangkan puncak-puncak lainnya dapat terbentuk sebab putusnya ikatan C-C.

Hasil penelitian yang sudah dilakukan menunjukkan bahwa pengembanan suatu katalis dapat mempengaruhi banyaknya konversi metil ester yang terbentuk dari reaksi transesterifikasi menggunakan minyak jarak. Hal ini menunjukkan bahwa minyak jarak yang berasal dari ekstraksi biji tanaman jarak dapat digunakan sebagai salah satu alternatif dalam pembuatan biodiesel dengan bantuan katalis. Allah SWT berfirman dalam surat Abasa ayat 27-32:

Artinya: "Lalu, Kami tumbuhkan padanya biji-bijian (27) anggur dan sayur-sayuran (28) zaitun dan pohon kurma (29) kebun-kebun (yang) rindang (30) buah-buahan dan

rerumputan (31) (Semua itu disediakan) untuk kesenanganmu dan hewan-hewan ternakmu (32)".

Mengutip Kitab tafsir Al-Misbah bahwa Allah SWT menciptakan aneka tumbuhan dan buah-buahan di muka bumi tidak lain untuk memenuhi kebutuhan hidup manusia, diantaranya dengan menjadikan sebagai bahan makanan dan juga kebutuhan hidup lainnya (Shihab, 2009). Berdasarkan ayat tersebut pada penelitian ini bahwa tanaman jarak yang dapat diekstrak menjadi minyak jarak diberikan oleh Allah SWT untuk dimanfaatkan oleh manusia dalam memenuhi kebutuhan hidup. Selain sebagai obat, minyak jarak juga dapat digunakan sebagai bahan dalam reaksi transesterifikasi untuk mengkonversi menjadi metil ester risinoleat yang merupakan salah satu sumber daya alam pada bahan bakar diesel tabarukan. Firman Allah SWT dalam Al-Qur`an surat Ali Imran ayat 190-191:

Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal (190) (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka (191)".

Keterkaitan surat Ali Imran ayat 190-191 dengan penelitian ini yakni bahwa Allah SWT menciptakan akal pikiran guna memahami semua petunjuk dan ciptaan-Nya termasuk dalam mengembangkan ilmu pengetahuan. Adapun ilmu pengetahuan dapat diperoleh oleh manusia dengan mengembangkan potensi yang dimiliki diantaranya potensi dari akal, sebab melalui akal manusia dapat berpikir secara kritis dan logis sehingga mampu menghasilkan banyak pengetahuan. Hal ini sesuai dengan makna kalimat (لِأُولِيْ الْأَبْاَبِ الْأَبْاَبِ)

yakni orang-orang yang memiliki akal murni, yaitu yang merenungkan mengenai fenomena alam sehingga dapat menjadi bukti keesaan dan kekuasaan Allah SWT secara nyata (Shihab, 2009). Pemanfaatan katalis CaO,γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ sebagai katalis dalam reaksi transesterfikasi menggunakan minyak jarak menjadi salah satu pengembangan ilmu pengetahuan. Allah SWT berfirman dalam surat Al-Bagarah ayat 82:

Artinya: "Dan orang-orang yang beriman dan mengerjakan kebajikan, mereka itu penghuni surga, mereka kekal di dalamnya".

Mengutip dari kitab tafsir Al-Misbah pada surat Al-Baqarah ayat 82 bahwa orang-orang yang beriman dengan benar sebagaimana ajaran para nabi dan senantiasa melakukan amal shalih sesuai dengan tuntunan Allah dan rasul maka akan kekal di dalam surga (Shihab, 2009). Sesuatu dapat dipandang sebagai amal shalih jika dapat mendatangkan

nilai manfaat baik bagi diri yang melakukan, keluarga, masyarakat, maupun umat manusia. Adapun dalam konteks akademik salah satu bentuk amal shalih ialah melakukan penelitian dengan mengeksplorasi dan melestarikan alam. Oleh sebab itu, manusia memiliki kewajiban untuk menggunakan akal fikirnya guna melakukan hal-hal yang bermanfaat dan kemaslahatan umat.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

- 1. Hasil karakterisasi katalis CaO/γ-Al₂O₃ yang disintesis menggunakan metode sonikasi selama 3 jam setelah dianalisis menggunakan XRD menunjukkan keberhasilan proses pengembanan dengan menurunnya puncak difrakrogram dari γ-Al₂O₃ dan munculnya puncak baru yang sesuai dengan puncak CaO komersil. Karakterisasi menggunakan XRF kandungan dalam senyawa hasil pengembanan yakni unsur Al mengalami penurunan menjadi 61,9 % dan Ca mengalami peningkatan menjadi 36,4%. Hal tersebut menandakan CaO berhasil terembankan dengan baik dalam γ-Al₂O₃. Karakerisasi menggunakan SAA menunjukkan bahwa luas permukaan γ-Al2O3 menurun dan CaO mengalami peningkatan setelah pengembanan dibandingkan luas permukaan awal γ-Al₂O₃ dan CaO.
- 2. Hasil uji katalis CaO, γ-Al₂O₃, dan CaO/γ-Al₂O₃ pada reaksi transesterifikasi menggunakan minyak menghasilkan konversi metil ester risinoleat secara berurut 84,63%; 84,68%; dan 85,82%. Akan tetapi, intensitas puncak kromatogram CaO/γ-Al₂O₃ lebih rendah dibandingkan dengan kromatogram CaO dan γ-Al₂O₃ dengan intensitas puncak lebih tinggi.yang menandakan kelimpahannya lebih sedikit.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan disarankan melakukan beberapa penelitian lanjutan sebagai berikut:

- 1. Perlu dilakukan uji kebasaan dari katalis menggunakan adsorpsi uap asam CO₂.
- Perlu dilakukan uji karakterisitik metil ester sebagai biodiesel meliputi uji titik nyala, uji densitas, uji viksositas, bilangan setana, titik kabut, dan stabilitas oksidatif metil ester hasil.
- 3. Perlu dilakukan uji FESEM dari katalis pengembanan untuk mengetahui pemerataan sebaran logam pada katalis pengemban.
- 4. Perlu ditambahkan jumlah katalis hasil pengembanan lebih banyak dari 0,5% (b/b) yang digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak jarak agar performa katalis dapat lebih maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

Abdulloh, A. W. (2016). Hidrolisis Minyak Jarak Pagar Menjadi Asam Lemah Bebas Menggunakan Katalis CaO. *Jurnal Kimia Riset*, Vol 1(1): 1-6.

Amalia, S. K. (2019). Biodiesel Production From Castor Oil Using Heterogeneous Catalyst KOH/Zeolite of Natural Zeolite Bandung Indonesia. *International Conferences on Biology and Applied Science (ICOBAS)*. Malang: AIP Publishing.

Asyur, I. (1984). Tafsir At-tahrir Wa Al-tanwir. Mesir: Dar At-Tunisiyah.

Atmanegara, A. (2010). Pembuatan Minyak Lumas Dasar dari Tanaman Jarak (Ricinus communis L.)(Castor Oil) Menggunakan 1,4-Nutanadiol dan 1,6-Heksanadiol serta Uji Kompatibilitasnya Terhadap Minyak Mineral . Depok: Skripsi. Program Studi Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Indonesia.

Atsabiti, A. M. (2019). Sintesis dan Karakterisasi TiO₂-V Diembankan Pada NaX Mesopori Menggunakan Metode Sonikasi Dengan Variasi Komposisi TiO₂-V:NaX. Malang: Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.

Bachtiar, M. S. (2020). Sintesis Dan Karakterisasi KOH/Zeolit Alam Menggunakan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Pada Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Dengan Variasi Waktu Reaksi. Malang: Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.

Bahroni. (2019). Sintesis Dan Karakterisasi γ -Al $_2$ O $_3$ Dari Boehmit Dengan Penambahan Asam Anorganik Sebagai Penyangga Katalis Hydrotreating. Jakarta: Skripsi. UIN Syarif Hidayatullah.

Batan, S. (2015). Penggunaan Katalis γ -Al $_2$ O $_3$ Untuk Degradasi Gliserol Menggunakan Teknologi Sonikasi. Surabaya: Jurusan Teknik Kimia. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Devita, L. (2015). Biodiesel Sebagai Bioenergi Alternatif Dan Prospeftif. *Agrica Extensia*, Vol 9 No 2: 23-26.

Dewi, D. C. (2015). *Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak(Ricinus Communis) Dengan Microwave*. Semarang: Skripsi. Program Studi Teknik Kimia. Universitas Negeri Semarang.

Fiehn, O. (2016). Metabolomics by Gas Chromatography-Mass Spectrometry: the Combination of Targeted and Untargeted Profiling. *Current Protocols in Molecular Biology*, Vol 30: 1-30.

Fikriandini, N., & Khair, M. (2023). Penentuan Celah Pita Katalis ZnO/Zeolit Yang Disintesis Dengan Metoda Sonikasi. *Journal of Chemistry, Education, and Science*, Vol. 7(1): 42-43.

Fitriana, L. (2018). Pengaruh Perbandingan Minyak/Metanol Dan Waktu Reaksi Terhadap Hasil Biodiesel Dengan Metode Sonikasi Berbahan Baku Ampas Kelapa Dengan Katalis CaO. Surakarta: Skripsi. Fakultas Teknik. Universitas Muhammadiyah.

Futanti, D. T. (2023). Sintesis dan Karakterisasi Katalis NiMo/γ-Al₂O₃ dengan Variasi Magnesium untuk Mengolah Light Coker Gas Oil 9LCGO. Jakarta: Skripsi. Program Studi Kimia. Faklultas Sains dan Teknologi. Uin Syarif Hidayatullah.

Gutierrez, G. T. (2001). Theoritical Structure Determination of γ-Al₂O₃. *Journal of Physical Review*, Vol 65.

Hanun, H. (2020). Sintesis Kalsium Aluminat (Ca₂Al₂O₄) Dengan Variasi Suhu Dan Waktu Menggunakan Metode Hidrotermal Sebagai Katalis Biodiesel. Skripsi. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Hartini, H. Y. (2015). Study Karakter Pori Terhadap Komposit γ-Al₂O₃ Karbon Aktif Dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot esculenta Cranz*). *Jurnal Penelitia Kimia ALCHEMY*, Vol 11 (1):47-57.

Intarapong, P. L. (2014). Biodesel Production from Palm Oil Using Potassium Hydroxide Loaded on ZrO₂ Catalyst in a Batch Reactor. *Chiang Mai J. Sci*, Vol 41: 128-137.

Irawati, U. S. (2013). Sintesis Dan Karakterisasi Gamma Alumina (γ -Al $_2$ O $_3$) Dari Kaolin Asal Tatakan, Kalimantan Selatan Berdasarkan Variasi Temperatur Kalsinasi. *Jurnal Molekul*, Vol 8 (1): 31-42.

Ismarani, M. S. (2011). Karakterisasi dan Komposisi Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar (jatropha curcas L.). *Jurnal Agrobisnis dan Pengembangan*, Vol 2(2):24.

Istiningrum, R. H. (2018). Analisis Komposisi Biodiesel Hasil Konversi Minyak Biji Carica (Carica pubescens) Menggunakan Enzim Lipase Bekatul . *Journal of Chemical Analysis* (*IJCA*), Vol 1 No 1: 01.

Jannah, R. (2008). Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Pagar dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa K₂CO₃/γ-Al₂O₃. Depok: Universitas Indonesia.

Justo, R. L. (2019). Biodiesel Production from Heterogeneous Catalysts Based K₂CO₃ Supported on Extruded y-Al₂O₃. *E.G. Silveira Junior et al.*, 311-318.

Kamala, F. (2018). Sintesis Katalis NiMo//γ-Al₂O₃, CoMo//γ-Al₂O₃, dan CoNiMo//γ-Al₂O₃ Untuk Hidrodesulfurisasi Kerosin. Jakarta: Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi.

Khariruddin. (2015). *Morfologi dan Anatomi Buah dalam Al-Qur`an.* Semarang: Jurusan Tafsir dan Hadits, Fakultas Ushuluddin dan Humaniora, UIN Walisongo.

Kim., L. S. (2013). Effect of Particle Size on Phase Transitions in Metastable Al_2O_3 Nanoparticles: A View from High-Resolution Solid-State ²⁷Al NMR study. *American Mineralogist*, Vol 98: 1199.

Kolo, S. R. (2016). Produksi Biodiesel dari Minyak Biji Jarak Pagar (Jatropha curcas L.) . *Jurnal Pendidikan Biologi*, Vol 1 No 1: 6-8.

Kosim., M. (2014). Studi Pengaruh Penambahan SiO_2 Terhadap Porositas γ -Al $_2O_3$. *Jurnal Fiskia*, Vol 3 No 3:34-40.

Lam, M. K. (2010). Homogeneous, Heterogeneous and Enzymatic Catalysis for Transesterification of High Free Fatty Acid Oil (Waste Cooking Oil) to Biodiesel: A Review. *Journal Biotechnology Advances*, 500-518.

Lestari, H. S. (2006). Sintesis Katalis NiMo Untuk Hydrotreating Coker Nafta. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, Vol 6(1): 355.

Liberto, D. G. (2022). pH Dependence of MgO, TiO₂, and γ-Al₂O₃ Surface Chemistry from First Principles. *Journal of Physical Chemistry*, Vol 126: 10216-10223.

Lourentius, S. (2021). Synthesis of Syngas into Dimethyl Ether Using Cu-Zn-Al/ γ -Al $_2$ O $_3$ Bifunctional Catalyst as an Environmentally Friendly Fuel for Substituting Liquified Petroleum Gas. *Equilibrium Journal of Chemical Engineering*, Vol 5 (2): 117-126.

Maisyaroh, A. S. (2019). Sintesis CaO Dari Cangkang Kerang Ale-Ale (Meretrix meretrix) Pada Suhu Kalsinasi 900°C. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, Vol 8 (1): 32-35.

Marinkovic, D. A. (2017). Synthesis and Characterization of Spherically-Shaped CaO/γ-Al₂O₃ Catalyst and its Application in Biodiesel Production. *Journal Energy Conversion and Management*, Vol 144: 399-413.

Marinkovic, D. M. (2015). The Synthesis of CaO Loaded Onto Al₂O₃ from Calcium Acetate And Its Application in Transesterification of The Sunflower Oil. *Advanced Technologies*, Vol 4(1): 26-32.

Mega, K. (2017). Analisis Struktur Nano Batu Apung Lombok Menggunakan Metode BET (Brunauer-Emmet-Teller). Surabaya: Skripsi. Fakultas Metematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Mengistu, G. R. (2022). Synthesis and Characterization of a heterogeneous Catalyst From a Mixture of Waste Animal Teeth and Bone for Castor Seed Oil Biodiesel Production. *Journal Heliyon*, Vol 8.

Moradi, G. d. (2015). Biodiesel Production using CaO/γ-Al₂O₃ Catalyst Synthesized by Sol-Gel Method. *The Canadian Journal Of Chemical Engineering*, 1532.

Munnik, P. P. (2015). Recent Developments in The Synthesis of Supported Catalyst. *American Chemical Society*, Vol 155.

Nairil, S. (2019). Sintesis dan Karakterisasi ZnO yang Diembankan Pada Zeolit dengan Variasi Komposisi Menggunakan Metode Sonikasi. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.

Navas, B. M. (2019). Transesterification Of Soybean Oil With Methanol On Al₂O₃-Supported CaO Catalysts Modified With MgO or ZnO. *Anales de la Asociación Química Argentina*, Vol 106:70-86.

Ningrum, K. P. (2010). *Pemanfaatan Admisel γ-Al*₂O₃/SDS dan Nanopartikel Perak Untuk Penentuan Kadar Arsen Berdasarkan Reaksi Reduksi Metilen Biru. Depok: Skripsi. Program Studi Kimia. Universitas Indonesia.

Ningsih, S. M. (2018). *Produksi Biodiesel Berbasis Minyak Jelantah Menggunakan Katalis CaO-AICI*₃ Dengan Metode Ultrasonik. Makassar: Skripsi. Universitas Hasanuddin.

Ningtyas, A. S. (2017). *Aktivitas Katalitik CoMo/Al₂O₃ dan CoMo/MgO-Al₂O₃ Pada Reaksi Hidrogenasi Rosin Oil.* Semarang: Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas MIPA. Universitas Negeri Semarang.

Noiroj, K. I. (2008). A Comparative Study of KOH/Al $_2$ O $_3$ and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification From Palm Oil. *J Elsevier: Renewable Energy*, Vol 34(4): 1145-1150.

Nordin, N. H. (2015). Effect of Temperature in Calcination Process of Seashells. *The Malaysian Journal Of Analytical Sciences*, Vol 19 (1): 65-70.

Oko. (2019). Pengaruh Rasio Mol Dan Waktu Reaksi Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak Jarak Dengan Menggunakan Katalis CaO/Al₂O₃. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian Kepada Masyarakat*, 17-21.

Oko. (2019). Pengembangan Katalis CaO Dari Cangkang Telur Ayam Dengan Impregnasi KOH Dan Aplikasinya Terhadap Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak. *Jurnal Teknologi*, Vol 11(2).

Permana, E. C. (2020). Preparasi dan Karakterisasi Katalis Cu/ZnO Dengan Support Karbon Aktif Menggunakan Aktivator H₃PO₄ dan ZnCl₂. *Jurnal Teknologi*, Vol 13(1):6-15.

Pradana, L. N. (2008). Sintesis Penyangga Katalis γ-Al₂O₃ Dari Alumunium Sulfat. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, Vol 7 (2): 786-791.

Prins, R. (2020). Mini-review: On the structure of γ-Al₂O₃. *Journal of Catalysis*, 336-346.

Purnomo, V. S. (2020). Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar dengan Transesterifikasi Metanol Subkritis. *Jurnal Teknik Kimia*, Vol 14(2):73.

Putera, D. (2008). Sintesis Fotokatalisis CuO/ZnO untuk Konversi Metanol Menjadi Hidrogen. Bandung: Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Bandung.

Rachmawati, A. (2009). Sintesis Katalis Padatan Asam γ-Al₂O₃/SO₄²⁻ dan Digunakan Pada Sintesis Senyawa Metil Ester Asam Lemak Dari Limbah Produksi Margarin Minyak Kelapa Sawit. Depok: Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Regnant, Y. (2018). Sintesis dan Karakterisasi CaO/γ-Al₂O₃ dengan Metode Impregnasi Basah, Hidrotermal, dan Sonikasi Sebagai Katalis Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. Malang: Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi.

Rodiansono, T. T. (2007). Pengaruh Pengemban Logam Ni dan Nb₂O₅ Pada Karakter Katalis Ni/Zeolit dan Ni/Zeolit-Nb₂O₅. *Sains dan Terapan Kimia.*, Vol 1(1): 20-28.

Said, A. (2017). Fikih Energi Tabarukan. Jakarta: LAKPESDAM-PBNU.

Samain, L. J. (2014). Structural Analysis of Highly Porous γ -Al₂O₃. *Journal of Solid State Chemistry*, Vol 217:1-8.

Sari, A. D. (2009). Pemanfaatan Katalis Padatan Asam dan Basa Berbasis γ-Al₂O₃ Pada Reaksi Esterifikasi/Transesterifikasi dari Minyak Kelapa (VCO). Depok: Skripsi. Departemen Kimia. Fakultas Matematikan dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia.

Savitri, N. A. (2016). Pembuatan Katalis Asam (Ni/γ-Al₂O₃) dan Katalis Basa (Mg/γ-Al₂O₃) untuk Aplikasi Pembuatan Biodiesel dari Bahan Baku Minyak Jelantah. *Jurnal Penelitian dan Pengembangan Ilmu Kimia*, Vol 2(1):1-10.

Shihab, M. Q. (2009). *Tafsir Al-Misbah: Pesan dan Kesan Keserasian Al-Qur`an*. Jakarta: Lentera Hati.

Simpen, I. N. (2021). Karakteristik Fisika-Kimia Katalis Heterogen CaO-Base Dan Pemanfaatannya Untuk Konversi Minyak Goreng Bekas Secara Sinambung Menjadi Biodiesel . *Jurnal Kimia*, Vol 15 (2): 188-194.

Sivasamy, A. C. (2009). Catalytic Applications in The Production of Biodiesel From Vegetable Oils. *ChemSusChem*, Vol 2.

Suhartanta, A. Z. (2008). Pemanfaatan Minyak Jarak Pagar Sebagai Bahan Bakar Alternatif Mesin Diesel. *Jurnal Penelitian Saintek*, Vol 13 (1):19-46.

Suryanto, A. W. (2021). Proses Produksi Katalis $CaO/\gamma-Al_2O_3$ Dengan Metode Impregnasi Dalam Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Kelapa . *Jurnal Industri Hasil Perkebunan* , Vol 16(2):1-8.

Syafrinaldy, A. Z. (2017). Formulasi Katalis Bifungsional Sintesa DME Satu Tahap. *Jurnal Energi dan Lingkungan*, Vol 13 (2):71-78.

Syah, D. (2006). Biodiesel Jarak Pagar. Depok: Agromedia Pustaka.

Tsani. (2011). Preparasi dan Karakterisasi Katalis NiMo/γ-Al₂O₃ untuk Sintesis Bahan Bakar Bio dari Minyak Jarak Melalui Pirolisis Berkatalis. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia.

Tsani, F. (2011). *Preparasi dan Karakterisasi Katalis NiMo/γ-Al*₂O₃ *Untuk Sintesis Bahan Bakar Bio Dari Minyak Jarak Melalui Pirolisis Berkatalis*. Depok: Skripsi. Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Ulfah, M. S. (2012). Pengaruh Perbedaan Sifat Penyangga Alumina Terhadap Sifat Katalis Hydrotreating Berbasis Nikel-Molibdenum . *Jurnal Reaktor*, Vol 14 (2): 151-157.

Umam, M. N. (2018). Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak dengan Menggunakan Katalis KOH/Zeolit dalam Pembuatan Biodiesel. Malang: Program Studi Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.

Utami, A. W. (2017). Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida (MnO₂) Secara Sonokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Timbal (Pb²⁺). Makassar: Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Alauddin.

Vernes, L. V. (2020). *Ultrasound and Microwave as Green Tools for Solid-Liquid Extraction.* France: Elsiver Inc.

Vlack, V. (1994). *Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Non Logam).* Jakarta: Erlangga.

Waisi, H. M. (2016). Influence of Process Parameters on Transesterification Reaction of Corn Oil Over Base Promoted gamma alumina. *Zastita Materijala*, Vol 57 (3): 473-479.

Watanabe, T. I. (2016). In-situ XAFS study for calcination process of Cr catalyst supported on $-Al_2O_3$ and SiO_2 . *Journal of Physics* .

Widiarti, N. R. (2016). Sintesis CaO.SrO dan Aplikasinya Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Indonesian Journal of Chemical Science*, Vol 5(1): 22.

Widiarti, N. W. (2017). Catalytic Activity of Calcum Oxide from Fishbone Waste in Waste Cooking Oil Transesterification Process. *Jurnal Bahan Alam Tabarukan*, Vol 6(2): 97-106.

Widyastuti. (2007). Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel dengan Menggunakan Katalis KOH. Semarang: Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang.

Widyastuti, L. (2007). Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel Dengan Menggunakan Katalis KOH. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Yu, J. G. (2011). Influences of Calcination Temperature on The Efficiency of CaO Promotion Over CaO Modified Pt/γ -Al₂O₃ Catalyst. *Elvier : Applied Catalysis A General*, 114-119.

Zabeti, M. d. (2010). Biodiesel Production Using Al₂O₃ Supported CaO: An Optimization Study. *Journal Fuel Processing Technology 91*, 243-248.

Zain, S. B. (2021). *Produksi Biodiesel Menggunakan Abu Pelepah Pisang Sebagai Katalis Basa Heterogen Dan Kosolven Aseton Dengan Metode Sonikasi.* Yogyakarta: Program Studi Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Islam Indonesia.

Zakiyah, A. (2023). Sintesis Zeolit NaP Mesopori Dari Kaolin Dengan Variasi Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ Menggunakan Metode Sonikasi Sebagai Katalis Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak (Ricinus communis). Malang: Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Malang.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

1.1 Sintesis Katalis Heterogen CaO/y-Al₂O₃

CaO

- ditimbang 2,5 gram
- dilarutkan dengan 100 mL aquades

- dicampur menggunakan erlenmeyer 250 mL
- distirer pada suhu ruang selama 3 jam
- dipindahkan ke dalam sonikator selama 3 jam dengan diberikan radiasi ultrasonik 42 KHz
- dikeringan selama 12 jam pada suhu 120°C
- dikalsinasi selama 3 jam dengan suhu 500°C

1.2 Karakterisasi

1.2.1 Karakterisasi Menggunakan XRD

CaO, γ -Al₂O₃, CaO/ γ -Al₂O₃

- dihaluskan sampel sampai menjadi bubuk halus
- ditempatkan preparat dan dipres dengan alat pengepres
- ditempatkan pada sampel holder
- disinari dengan sinar-X menggunakan radiasi Cu Ka 1,541 Å dengan sudut 20 10-90° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

Hasil

1.2.2 Karaketrisasi Menggunakan XRF

CaO, γ-Al₂O₃, CaO/ γ-Al₂O₃

- ditempatkan 5 mg sampel katalis pada sampel holder
- disinari dengan sinar-X

Hasil

1.2.3 Karakterisasi Menggunakan SAA

CaO, γ -Al₂O₃, CaO/ γ -Al₂O₃

- ditempatkan 0,1 gram sampel katalis pada sampel holder
- dituangkan nitrogen cair ke dalam tabung guna proses analis

Hasil

1.3 Reaksi Transesterifikasi

CaO, γ-Al₂O₃, CaO/ γ-Al₂O₃

Minyak Jarak:Metanol

dibuat campuran minyak jarak dan metanol 1:15

- distirer selama 5 jam pada suhu 60°C dengan kecepatan pengadukan 600 rpm

- dipisahkan katalis

- didiamkan campuran dalam dalam corong pisah selama 24 jam

- dimurnikan lapisan atas dengan aquades panas dan didiamkan 1 jam

- diambil lapisan atas dan ditambah Na₂SO₄ anhidrat

1.4 Karakterisasi Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan GC-MS



Lampiran 2. Perhitungan

2.1 Pembuatan 25% CaO dalam support y-alumina

CaO sebesar 25% dari berat γ-Al₂O₃ sehingga perbandingan (b/b) CaO/γ-Al₂O₃ yakni 1:4

- Berat γ -Al₂O₃ = 10 g
- Berat CaO = $10 x \frac{1}{4} = 2.5 g$

2.2 Penentuan Jumlah Minyak Jarak : Metanol

Perbandingan molar rasio minyak jarak dan metanol yang digunakan 1:15

• ρ trigliserida = 0,96 g/ml

BM trigliserida (Castor oil) = 871 g/mol

Volume minyak jarak = 30 mL

Massa minyak = 30 mL x 0,96 g/mol = 28,8 g

1 mol trigliserida = 1 x 871 g/mol = 871 g

mol minyak jarak = $\frac{28,8 g}{871 g}$ = 0,0330 mol

• ρ Metanol = 0,8 g/ml

BM metanol = 32 g/mol

Mol metanol = 15 mol x mol minyak jarak = 15 mol x 0,0330 mol = 0,495 mol

Massa metanol = 0,495 mol x 32 g/mol = 15,84 g

Volume metanol = $\frac{15,84 \text{ g}}{0.8 \text{ g/ml}}$ = 19,8 mL

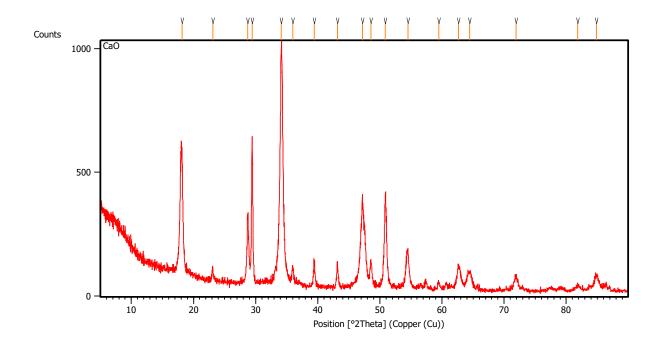
2.3 Penentuan Jumlah Katalis

0,5 % (b/b) katalis =
$$\frac{0.5}{100}$$
 x berat minyak jarak = $\frac{0.5}{100}$ x 28,8 g = 0,144 g

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

3.1 Hasil karakterisasi XRD

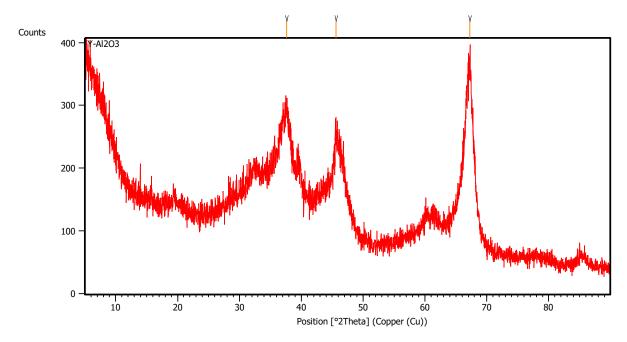
3.1.1 Katalis CaO komersil



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.1799	453.78	0.3680	4.87982	49.33
23.0920	41.49	0.4015	3.85170	4.51
28.7272	265.02	0.2007	3.10769	28.81
29.4384	590.80	0.1171	3.03420	64.23
34.1270	919.79	0.4015	2.62732	100.00
35.9575	65.36	0.2676	2.49766	7.11
39.4260	93.90	0.2342	2.28555	10.21
43.1447	94.70	0.1673	2.09678	10.30
47.2137	325.75	0.6022	1.92513	35.42
48.5359	97.91	0.2676	1.87574	10.64
50.8496	332.77	0.3346	1.79569	36.18
54.5026	147.30	0.3346	1.68366	16.02
59.4829	23.64	0.4015	1.55404	2.57
62.6178	86.36	0.3346	1.48356	9.39
64.4706	65.07	0.8029	1.44533	7.07
71.8929	52.81	0.5353	1.31329	5.74
81.8605	16.81	0.8029	1.17675	1.83
84.8421	49.35	0.5353	1.14285	5.37

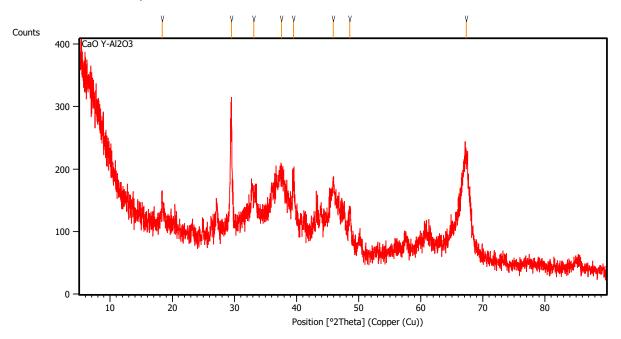
3.1.2 Katalis γ-Al₂O₃ komersil



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.6310	83.47	1.4721	2.39034	39.23
45.6405	68.42	0.6691	1.98777	32.15
67.2416	212.79	1.3382	1.39235	100.00

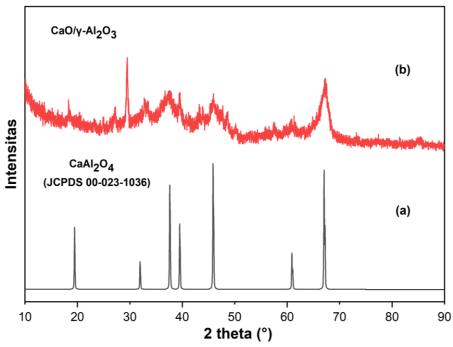
3.1.3 Katalis CaO/γ-Al₂O₃



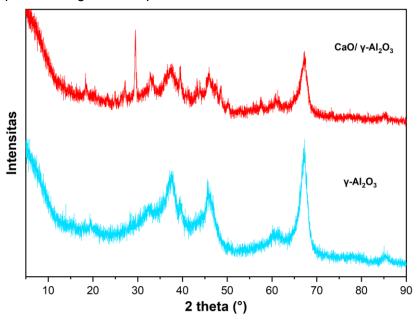
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4102	27.85	0.8029	4.81928	15.40
29.5229	180.87	0.2342	3.02572	100.00
33.1002	37.84	1.0706	2.70643	20.92
37.5445	45.26	1.0706	2.39565	25.02
39.5366	55.40	0.4015	2.27941	30.63
45.9103	71.73	0.6691	1.97671	39.66
48.5698	49.09	0.4015	1.87451	27.14
67.2958	123.58	1.0706	1.39136	68.32

3.1.4 Katalis CaO/ γ -Al₂O₃ (b) dengan standar CaAl₂O₄ (a)



3.1.5 Katalis γ -Al $_2$ O $_3$ dengan CaO/ γ -Al $_2$ O $_3$



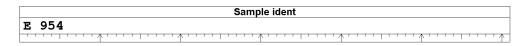
3.2 Hasil karakterisasi XRF

3.2.1 Katalis CaO/ γ -Al $_2$ O $_3$

06-dec-2023 09:38:08

Sample results

Page 1



Application	<standardless></standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	06-dec-2023 09:26:43
Position	3

Compound	Al	Р	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Ga	Yb	Re
Conc	61,9	0,78	36,4	0,13	0,089	0,22	0,01	0,10	0,04	0,078	0,2	0,08
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

3.2.2 Katalis γ -Al₂O₃

Sample results

Sample ident	
E 68	
	<u> </u>

Application			
Sequence	1 of 1		
Measurement time	26-feb-2024 10:36:32		
Position	3		

Compound	Al	Р	Ca	Sc	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Ga	Pr
Conc	95,3	2,0	1,1	0,02	0,17	0,13	0,30	0,061	0,17	0,16	0,51
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

3.3 Hasil karakterisasi SAA

3.3.1 Katalis CaO

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km14.5, Sleman Yogyakarta LABORATORIUM TERPADU Quantachrome TouchWin v1.22



Report date: Wed Jan 24 2024 Operator: Filename: 00060124_1.qcuPhysIso An alysis Information -Sample ID 0006_1 Weight 0.0802g Description CaO Analysis Data ID {dc086860-b355-4315-b133-a20f9f4ea720} Yusuf Date St 1 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001] Operator 2024.01.23 Duration 47.5 min St 1 on NOVA touch and to the description of sample

Void Volume Mode Instrument 1.07 Firmware Comments Ambient Temp. Cell Type Cell ID 41 NOVA mode Thermal Delay 9mm w/o rod Po Mode Continuous 300 sec Adsorbate

Name Nitroge
Non-ideality 6.58000

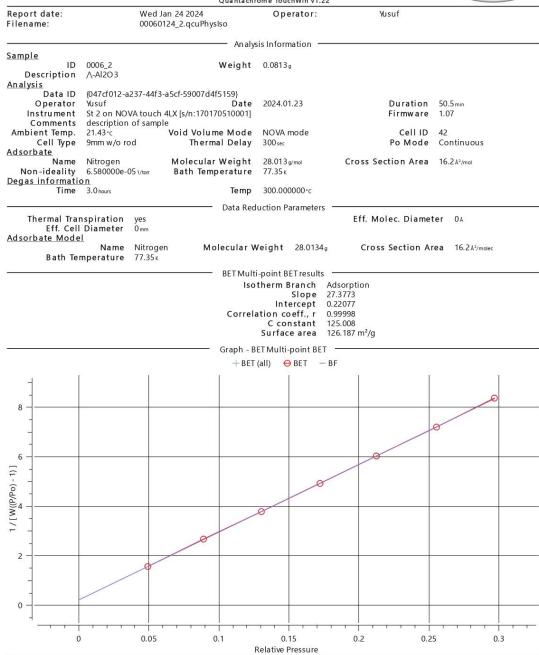
Degas information

Time 3.0 hours Nitrogen Molecular Weight 28.013 g/mol Cross Section Area 16.2 A²/mol 6.580000e-051/torr Bath Temperature 77.35 K Temp 300.000000 ℃ Data Reduction Parameters Thermal Transpiration yes
Eff. Cell Diameter 0mm
Adsorbate Model Eff. Molec. Diameter OA Name Nitrogen Molecular Weight 28.0134g Cross Section Area 16.2 A2/molec Bath Temperature 77.35 ĸ BET Multi-point BET results Isotherm Branch Adsorption Slope 542.028 Intercept -15.2364 Correlation coeff., r 0.993793 C constant -34.5744 Surface ares C constant -34.5744 Surface area 6.611 m²/g Graph - BET Multi-point BET + BET (all) ⊖ BET - BF 150 1 / [W((P/Po) - 1)] 20 0 0 0.05 0.1 0.15 0.2 0.25 0.3 0 Relative Pressure

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta LABORATORIUM TERPADU Quantachrome TouchWin v1.22





Quantachrome TouchWin™ v1.22

{Report ID: QC20240124083422048-26203} Page 1 of 1

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta LABORATORIUM TERPADU Quantachrome TouchWin v1.22



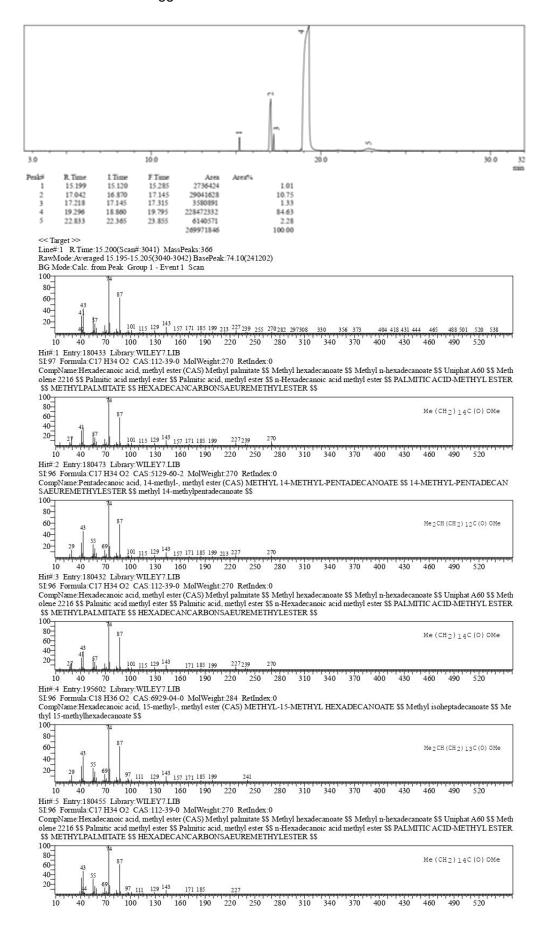
Report date: Wed Jan 24 2024 Operator: Yusuf Filename: 00060124_3.qcuPhysIso An alysis Information -Sample ID 0006_3 on CaO / ∧-Al2O3 Weight 0.0760g Analysis Data ID Description {4b7d22d2-eb11-421f-a5de-013601edba21} Yusuf Date Operator 2024.01.23 Duration 48.5 min description of sample 21.54 c Void Volume Mode Thermal Delay Instrument Firmware 1.07 Comments Ambient Temp. Cell Type Cell ID 24 NOVA mode Po Mode Continuous 300 sec Adsorbate Name Nitrogen Molecular Weight 28.013 g/mol Cross Section Area 16.2 Ų/mol Non-ideality 6.580000e-051/torr Bath Temperature Degas information
Time 3.0 hours Temp 300.000000°c Data Reduction Parameters Thermal Transpiration Eff. Cell Diameter Eff. Molec. Diameter 0A Adsorbate Model Molecular Weight 28.0134g Cross Section Area 16.2A2/molec Nitrogen Name Bath Temperature 77.35 κ BET Multi-point BET results Isotherm Branch Adsorption Slope Intercept Correlation coeff., r 52.5994 0.245932 0.999902 C constant 214.878 Surface area 65.900 m²/g Graph - BET Multi-point BET +BET (all) → BET -BF 15 1 / [W((P/Po) - 1)] 0 0 0.05 0.1 0.15 0.25 Relative Pressure

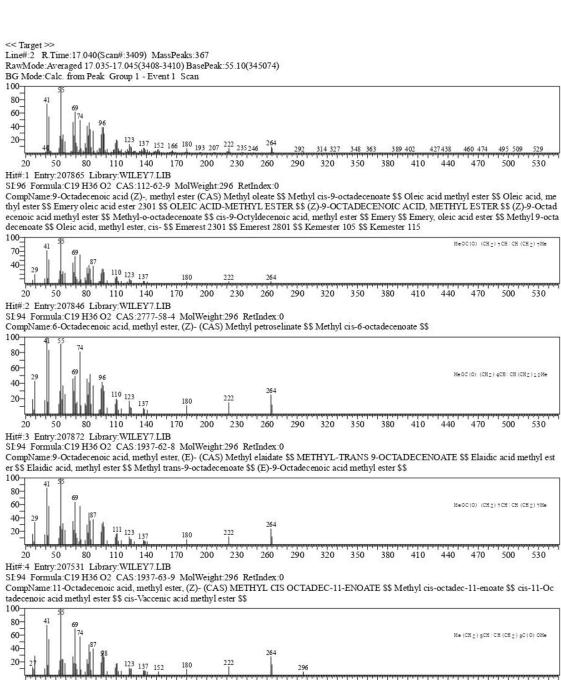
Quantachrome TouchWin™ v 1.22

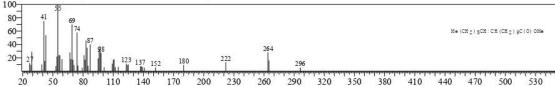
{Report ID: QC20240124083512190-26366} Page 1 of 1

3.4 Hasil karakterisasi GCMS

3.4.1 Transesterifikasi menggunakan katalis CaO

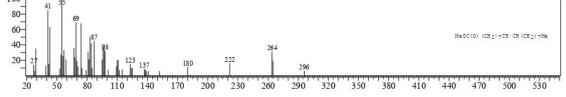






Hit#:5 Entry:207859 Library:WILEY7.LIB SI:93 Formula:C19 H36 O2 CAS:2462-84-2 MolWeight:296 RetIndex:0

CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL OLEATE \$\$



```
<< Target >>
Line#:3 R.Time:17.220(Scan#:3445) MassPeaks:354
RawMode:Averaged 17.215-17.225(3444-3446) BasePeak:74.05(278471)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan
100-
 80-
 60-
 40-
                            101 115 129 | 143 | 157 171 185 199 213 227 241 255 267 281 298 314 327 341 358 371 391 407 423 437 110 140 170 200 230 260 290 320 350 380 410 440
 20-
                                                                                                                             440
                                                                                                                                      470
                                                                                                                                               500
Hit#:1 Entry:223360 Library:WILEY7.LIB
SI:96 Formula:C20 H40 O2 CAS:1731-94-8 MolWeight:312 RetIndex:0
CompName:Nonadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl nonadecanoate $$ Nonadecanoic acid methyl ester $$
 80-
 60-
                                                                                                                                  Me (CH2) 17C(O) OMe
 40-
 20-
                            101 115 129 143
                                                                             269 283
                              110
                                                        200
                                                                                  290
                                                                                           320
                                                                                                             380
                                                                                                                     410
Hit#:2 Entry:195602 Library:WILEY7.LIB
SI:96 Formula:C18 H36 O2 CAS:6929-04-0 MolWeight:284 RetIndex:0
CompName:Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (CAS) METHYL-15-METHYL HEXADECANOATE $$ Methyl isoheptadecanoate $$ Me
thyl 15-methylhexadecanoate $$
100-
 80-
 60-
                                                                                                                                  Me 2 CH (CH 2) 13 C (O) OMe
 40-
 20-
                                            157 171 185 199
                             110
                                               170
                                                        200
                                                                                  290
                                                                                           320
                                                                                                   350
                                                                                                             380
                                                                                                                     410
                                                                                                                              440
                                                                                                                                       470
                                                                                                                                               500
             50
                      80
                                      140
                                                                230
                                                                          260
     20
Hit#:3 Entry:164480 Library:WILEY7.LIB
SI:95 Formula:C16 H32 O2 CAS:7132-64-1 MolWeight:256 RetIndex:0
CompName:Pentadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl pentadecanoate $$ PENTADECANOIC ACID-METHYL ESTER $$ Methyl n-pentadec
anoate $$ Pentadecanoic acid methyl ester $$ Methyl 2-ethyltridecanoate $$ methyl pendecanoate $$ n-Pentadecanoic acid methyl ester $$
100-
 80-
 60-
                                                                                                                                  Me (CH_2)_{13}C(O) OMe
 40-
 20-
                                   129 143 157 171 185 199 213 225
                             110
                      80
                                      140
                                               170
                                                        200
                                                                 230
                                                                          260
                                                                                  290
                                                                                           320
                                                                                                   350
                                                                                                             380
                                                                                                                     410
                                                                                                                              440
                                                                                                                                               500
Hit#:4 Entry:209916 Library:WILEY7.LIB
SI:95 Formula:C19 H38 O2 CAS:5129-61-3 MolWeight:298 RetIndex:0
CompName:Heptadecanoic acid, 16-methyl-, methyl ester (CAS) Methyl isostearate $$ Methyl 16-methylheptadecanoate $$
 80-
 60-
                                                                                                                                  {
m Me}_2{
m CH} (CH _2) _{14}{
m C} (O) OMe
 40-
 20-
                            101 <sub>115</sub> 129 | 157
                                                    185 199 213
             50
                              110
                                      140
                                               170
                                                        200
                                                                 230
                                                                          260
                                                                                  290
                                                                                           320
                                                                                                   350
                                                                                                             380
                                                                                                                     410
                                                                                                                              440
                                                                                                                                       470
                                                                                                                                                        530
Hit#:5 Entry:209836 Library:WILEY7.LIB
SI:95 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0
CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate $$ Methyl octadecanoate $$ Methyl n-octadecanoate $$ Stearic acid methyl ester $$ Kemester 9718 $$ Stearic acid, methyl ester $$ n-Octadecanoic acid methyl ester $$ Methyl-octadecanoate $$ Methyl ester of octadecanoic acid $$
$ METHYL-N-OCTADECANOATE $$ methyl stearate $$ methyl octadecanoate $$ octadecanoic acid methyl ester $$ METHYLSTEARATE $$ n -Octadecanoic acid, methyl ester $$ Metholene 2218 $$ Emery 2218 $$ Kemester 9018 $$ STEARINSAEUREMETHYLEST
100-
                                                                                                                                  Me (CH2) 16C (O) OMe
 70-
 40
```

101 115 129 143 110

140

200

230

260

290

320

350

380

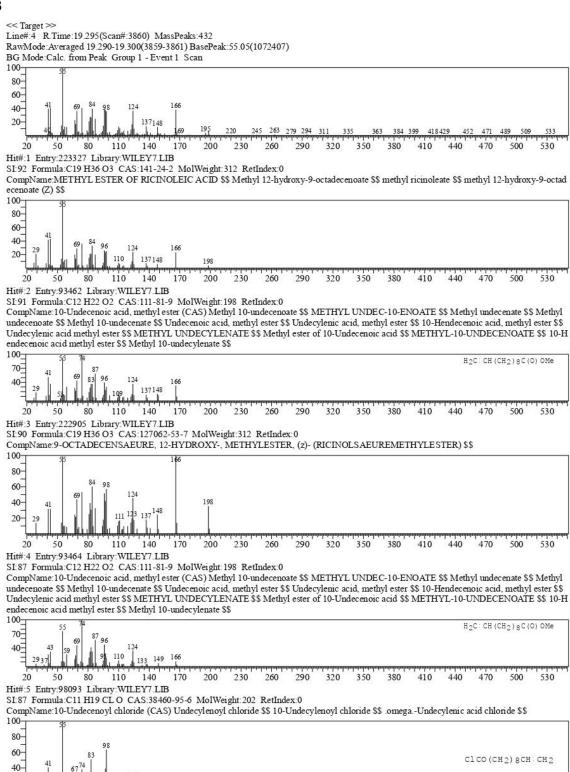
410

440

470

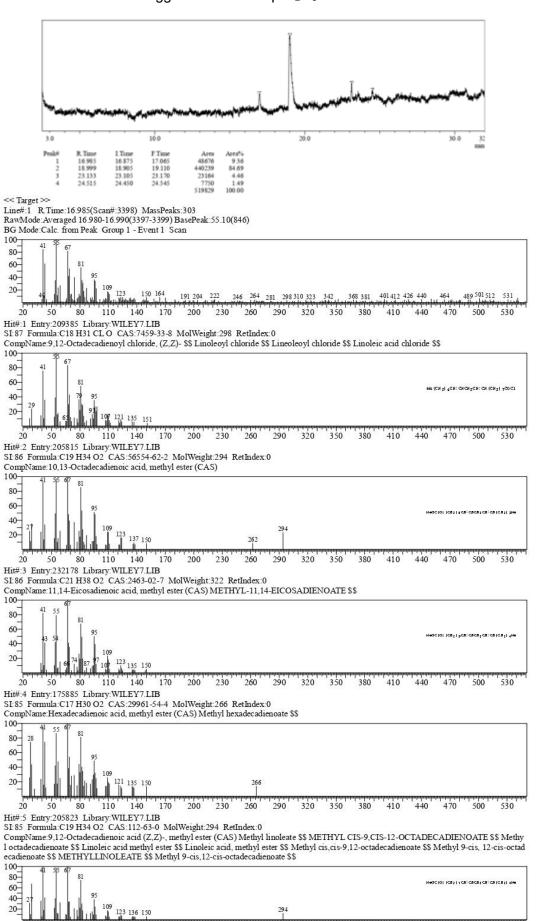
500

530

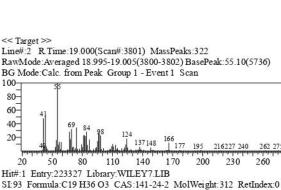


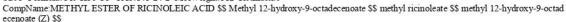
```
<< Target >>
Line#:5 R.Time:22.835(Scan#:4568) MassPeaks:382
RawMode: Averaged 22.830-22.840(4567-4569) BasePeak: 55.10(20291) BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                                                                    282 295 309 323 336
                                                                          310
                                                                                  340
                         100
                                130
                                              190
                                                     220
                                                            250
                                                                    280
                                                                                         370
                                                                                                400
                                                                                                        430
                                                                                                                      490
                                                                                                                             520
    10
           40
                                       160
                                                                                                               460
Hit#:1 Entry:143464 Library:WILEY7.LIB
SI:84 Formula:C16 H30 O CAS:0-00-0 MolWeight:238 RetIndex:0
CompName:Hexadecadien-7,11 ol-1 $$
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                           110121 137 149
           40
                         100
                               130
                                      160
                                              190
                                                     220
                                                            250
                                                                    280
                                                                           310
                                                                                  340
                                                                                         370
                                                                                                400
                                                                                                        430
                                                                                                               460
                                                                                                                      490
                                                                                                                             520
    10
                  70
Hit#:2 Entry:178158 Library:WILEY7.LIB
SI:83 Formula:C18 H36 O CAS:143-28-2 MolWeight:268 RetIndex:0
CompName:9-Octadecen-1-ol, (Z)- (CAS) cis-9-Octadecen-1-ol $$ Oleol $$ Satol $$ Ocenol $$ Sipol O $$ Adol 85 $$ Atalco O $$ Adol 320 $$ Lo
xanol M $$ Dermaffine $$ Loxanol 95 $$ Crodacol-O $$ Siponol OC $$ Oleo alcohol $$ Cachalot O-1 $$ Oleyl alcohol $$ Conditioner 1 $$ Oleic a
lcohol $$ Oleoyl alcohol $$ HD-Ocenol 90/95 $$ cis-9-Octadecenyl alcohol $$ Cachalot O 1 $$ Crodacol O $$ HD-Ocenol K $$ cis-DELTA.9-Octa
decenol $$ (Z)-9-Octadecen-1-ol $$ Anjecol 90N $$ Anjecol 90NR $$ Z-9-OCTADECEN-1-OL $$ Z-OCTADECEN-1-OL
100-
                                                                                                               Me (CH 2) 7CH = CH (CH 2) 8OH
 70-
 40-
                                130
                                       160
                                              190
                                                     220
                                                            250
                                                                    280
                                                                           310
                                                                                  340
                                                                                                400
                                                                                                               460
    10
           40
                         100
                                                                                         370
                                                                                                        430
                                                                                                                      490
                                                                                                                             520
                  70
Hit#:3 Entry:74531 Library:WILEY7.LIB
SI:83 Formula:C12 H22 O CAS:286-99-7 MolWeight:182 RetIndex:0
CompName:13-Oxabicyclo[10.1.0]tridecane (CAS) Epoxycyclododecane $$ Cyclododecene epoxide $$ Cyclododecane, 1,2-epoxy-$$
100-
 80
 60-
 40-
 20-
                                                            250
                                                                    280
                                                                           310
                                                                                  340
                               130
                                              190
                                                     220
                                                                                         370
                                                                                                400
                                                                                                       430
                                                                                                               460
                                                                                                                             520
           40
                  70
                         100
                                       160
                                                                                                                      490
Hit#:4 Entry:73942 Library:WILEY7.LIB
SI:83 Formula:C12 H22 O CAS:0-00-0 MolWeight:182 RetIndex:0
CompName:10-DODECEN-1-AL $$
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                                                     220
                                                            250
                                                                                  340
           40
                                130
                                       160
                                              190
                                                                    280
                                                                           310
                                                                                         370
                                                                                                400
                                                                                                               460
    10
                  70
                         100
                                                                                                        430
                                                                                                                      490
                                                                                                                             520
Hit#:5 Entry:73943 Library:WILEY7.LIB
SI:83 Formula:C12 H22 O CAS:0-00-0 MolWeight:182 RetIndex:0
CompName:11-DODECEN-1-AL $$
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                                                                                  340
    10
           40
                                       160
                                              190
                                                     220
                                                            250
                                                                    280
                                                                           310
                                                                                         370
                                                                                                400
                                                                                                       430
                                                                                                               460
                         100
                                130
                                                                                                                      490
                                                                                                                             520
```

3.4.2 Transesterifikasi menggunakan katalis y-Al₂O₃



530





290

320

350

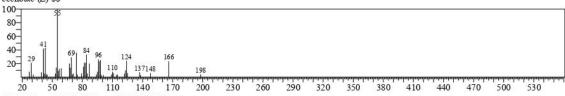
380

410

440

470

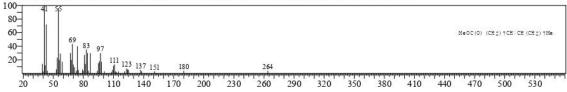
500



Hit#:2 Entry:207873 Library:WILEY7.LIB

SI 89 Formula:C19 H36 O2 CAS:1937-62-8 MolWeight:296 RetIndex:0

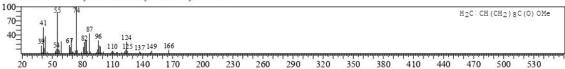
CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester, (E)- (CAS) Methyl elaidate \$\$ METHYL-TRANS 9-OCTADECENOATE \$\$ Elaidic acid methyl est er \$\$ Elaidic acid, methyl ester \$\$ Methyl trans-9-octadecenoate \$\$ (E)-9-Octadecenoic acid methyl ester \$\$



Hit#:3 Entry:93463 Library:WILEY7.LIB

SI:88 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0

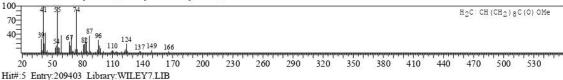
CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl 10-undecenate \$\$ Undecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid, methyl ester \$\$ 10-Hendecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid methyl ester \$\$ METHYL-10-UNDECENOATE \$\$ 10-Hendecenoic acid methyl ester \$\$ Methyl 10-undecylenate \$\$



Hit#:4 Entry:93465 Library:WILEY7.LIB

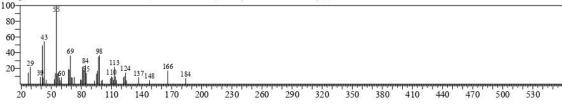
SI:88 Formula:C12 H22 O2 CAS:111-81-9 MolWeight:198 RetIndex:0

CompName:10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 10-undecenoate \$\$ METHYL UNDEC-10-ENOATE \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl undecenate \$\$ Methyl 10-undecenate \$\$ Undecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid, methyl ester \$\$ 10-Hendecenoic acid, methyl ester \$\$ Undecylenic acid methyl ester \$\$ METHYL-10-UNDECENOATE \$\$ 10-Hendecenoic acid methyl ester \$\$ Methyl 10-undecylenate \$\$



SI:87 Formula:C18 H34 O3 CAS:141-22-0 MolWeight:298 RetIndex:0

CompName:9-OCTADECENSAEURE, 12-HYDROXY-, CIS- (RICINOLSAEURE) \$\$

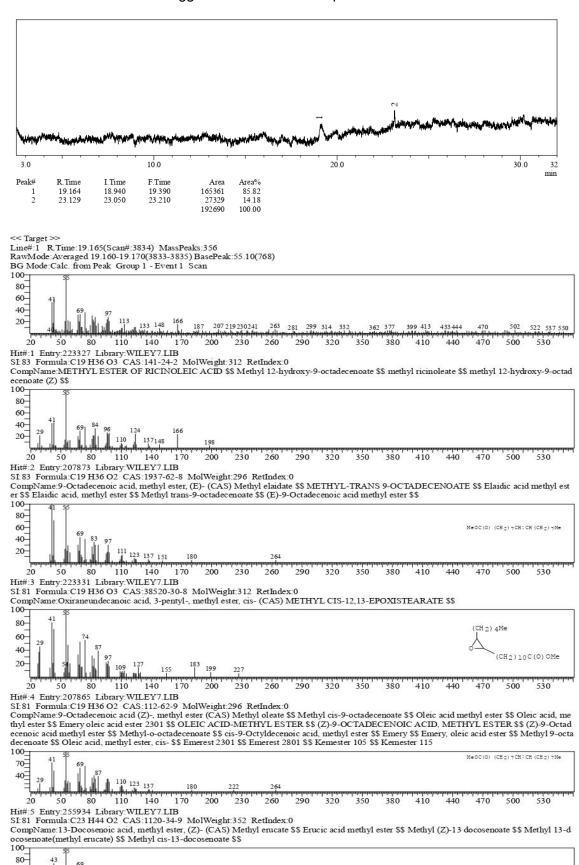


```
<< Target >>
Line#:3 R.Time:23.135(Scan#:4628) MassPeaks:350
RawMode: Averaged 23.130-23.140(4627-4629) BasePeak: 69.10(1432)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                            109 121 135 153 166 184 201 213 226 243 265
                                                                             291 304
                                                                                      325 337 356 376
                                                                                                          399
                                                                                                                       447 460 474485 504
                                                                    260
                                                    200
                                                           230
                                                                            290
                                                                                    320
                                                                                                    380
                                                                                                             410
            50
                    80
                                   140
                                           170
                                                                                            350
                                                                                                                     440
                                                                                                                             470
                                                                                                                                     500
                                                                                                                                             530
    20
                           110
Hit#:1 Entry:289266 Library:WILEY7.LIB
SI:77 Formula:C30 H50 CAS:7683-64-9 MolWeight:410 RetIndex:0 CompName:2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 2,6,10,15,19,23-hexamethyl- (CAS) Squalene $$ Skvalen $$ Supraene $$ Spinacene $$ 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAENE $$ 2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAEN, 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL-$$
100-
 80
 60-
 40-
 20-
                         95 109 121 137 149 161 175 191 203
            50
                     80
                            110
                                    140
                                            170
                                                    200
                                                            230
                                                                    260
                                                                            290
                                                                                    320
                                                                                            350
                                                                                                     380
                                                                                                             410
                                                                                                                     440
                                                                                                                                             530
Hit#:2 Entry:289263 Library:WILEY7.LIB
SI:77 Formula:C30 H50 CAS:7683-64-9 MolWeight:410 RetIndex:0
CompName: 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL-2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAENE $$
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                                       <sup>149</sup> 161 175 191 203
                                                                                           341
                                            170
    20
            50
                     80
                           110
                                    140
                                                    200
                                                                                    320
                                                                                            350
                                                                                                     380
                                                                                                             410
                                                                                                                                     500
                                                                                                                                             530
Hit#:3 Entry:85400 Library:WILEY7.LIB
SI:77 Formula:C14 H24 CAS:62951-96-6 MolWeight:192 RetIndex:0
CompName:1,5,9-UNDECATRIENE, 2,6,10-TRIMETHYL-, (Z)-$$
100
 80-
                     81
 60-
 40-
 20-
                           107 123 136 149
                                                    200
                                                            230
                                                                                                             410
                                                                                                                                             530
    20
            50
                     80
                            110
                                    140
                                            170
                                                                    260
                                                                                    320
                                                                                            350
                                                                                                     380
                                                                                                                     440
                                                                                                                             470
                                                                                                                                     500
Hit#:4 Entry:154852 Library:WILEY7.LIB
SI:77 Formula:C17 H28 O CAS:66408-55-7 MolWeight:248 RetIndex:0 CompName:4,8,12-TETRADECATRIENAL, 5,9,13-TRIMETHYL- $$
100
 80-
 60-
 40-
 20-
                                       149 161 177
                                          170
    20
                                                                                            350
                                                                                                                     440
                                                                                                                                     500
            50
                    80
                           110
                                    140
                                                    200
Hit#:5 Entry:123362 Library:WILEY7.LIB
SI:77 Formula:C15 H26 O CAS:0-00-0 MolWeight:222 RetIndex:0
CompName:FARNESOL ISOMER A $$
100-
 80-
 60-
 40-
 20-
                           105 121 136147 161 179 191
    20
                                   140
                                           170
                                                            230
                                                                    260
                                                                            290
            50
                           110
                                                    200
                                                                                    320
                                                                                            350
                                                                                                    380
                                                                                                             410
                                                                                                                     440
                                                                                                                             470
                                                                                                                                     500
                                                                                                                                             530
```

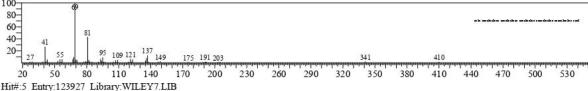
```
<< Target >>
Line#:4 R.Time:24.515(Scan#:4904) MassPeaks:283
RawMode: Averaged 24.510-24.520(4903-4905) BasePeak: 57.10(171)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan
100
 80
 60-
 40-
 20-
                                                                                                                                        didi
                          100
                                                                 250
                                                                         280
                                                                                                                 430
            40
                                  130
                                          160
                                                          220
                                                                                 310
                                                                                         340
                                                                                                 370
                                                                                                         400
                                                                                                                        460
                                                                                                                                490
                                                                                                                                        520
    10
                                                  190
Hit#:1 Entry:147950 Library:WILEY7.LIB
SI:42 Formula:C15 H30 O2 CAS:0-00-0 MolWeight:242 RetIndex:0
CompName:3-Heptyl 2-ethylhexanoate $$
100-
 80-
 60
 40-
 20-
                                                                         280
                                                                                                        400
                                                                                                                430
                                                                                                                                        520
    10
                          100
                                  130
                                          160
                                                  190
                                                          220
                                                                 250
                                                                                 310
                                                                                         340
                                                                                                 370
                                                                                                                        460
                                                                                                                                490
Hit#:2 Entry:147951 Library:WILEY7.LIB
SI:41 Formula:C15 H30 O2 CAS:0-00-0 MolWeight:242 RetIndex:0
CompName:3-Heptyl 2-ethylhexanoate $$
100-
 80-
 60-
 40-
 20
    10
                          100
                                  130
                                                  190
                                                          220
                                                                 250
                                                                         280
                                                                                 310
                                                                                         340
                                                                                                 370
                                                                                                         400
                                                                                                                 430
                                                                                                                        460
                                                                                                                                490
                                                                                                                                        520
Hit#:3 Entry:95965 Library:WILEY7.LIB
SI:40 Formula:C12 H24 O2 CAS:68443-63-0 MolWeight:200 RetIndex:0
CompName:Butyl 2-ethylhexanoate $$ Hexanoic acid, 2-ethyl-, butyl ester $$ n-Butyl 2-ethylhexanoate $$ n-butyl 2-ethylhexanoate $$
100
 80-
 60-
 40-
 20
                          100
                                  130
                                                                 250
                                                                                 310
                                                                                         340
                                                                                                 370
                                                                                                         400
                                                                                                                430
                                                                                                                                        520
                    70
                                          160
                                                          220
                                                                         280
                                                  190
Hit#:4 Entry:95966 Library:WILEY7.LIB
SI:40 Formula:C12 H24 O2 CAS:68443-63-0 MolWeight:200 RetIndex:0
CompName:Butyl 2-ethylhexanoate $$ Hexanoic acid, 2-ethyl-, butyl ester $$ n-Butyl 2-ethylhexanoate $$ n-butyl 2-ethylhexanoate $$
100-
 80-
 60
 40-
 20-
                                              172
    10
                           100
                                  130
                                                          220
                                                                  250
                                                                          280
                                                                                 310
                                                                                         340
                                                                                                 370
Hit#:5 Entry:131496 Library:WILEY7.LIB
SI:40 Formula:C14 H28 O2 CAS:20748-87-2 MolWeight:228 RetIndex:0
CompName:hexyl 2-ethylhexanoate $$ n-Hexyl 2-ethylhexanoate $$ n-hexyl 2-ethylhexanoate $$ Hexanoic acid, 2-ethyl-, hexyl ester (CAS)
100
 80
 60-
 40-
 20
                                                          220
    10
                          100
                                  130
                                          160
                                                  190
                                                                 250
                                                                         280
                                                                                 310
                                                                                         340
                                                                                                 370
                                                                                                        400
                                                                                                                430
                                                                                                                        460
                                                                                                                                490
                                                                                                                                        520
```

60-40-20-

3.4.3 Transesterifikasi menggunakan katalis CaO/ y-Al₂O₃

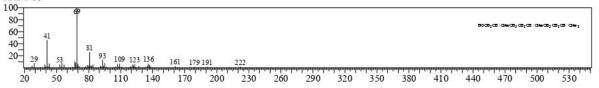


<< Target >> Line#:2 R.Time:23.130(Scan#:4627) MassPeaks:278 RawMode: Averaged 23.125-23.135(4626-4628) BasePeak: 69.10(2613) BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1 Scan 100-80-60-109 121 136 149 161 Hit#:1 Entry:289266 Library:WILEY7.LIB SI:88 Formula:C30 H50 CAS:7683-64-9 MolWeight:410 RetIndex:0 CompName:2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 2,6,10,15,19,23-hexamethyl- (CAS) Squalene \$\$ Skvalen \$\$ Supraene \$\$ Spinacene \$\$ 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL-2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAENE \$\$ 2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAEN, 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL-\$ 80-60-40-20-Hit#:2 Entry:289263 Library:WILEY7.LIB SI:87 Formula:C30 H50 CAS:7683-64-9 MolWeight:410 RetIndex:0 CompName: 2,6,10,15,19,23-HEXAMETHYL-2,6,10,14,18,22,-TETRACOSAHEXAENE \$\$ 80-60-40-149 161 175 191 203 Hit#:3 Entry:123362 Library:WILEY7.LIB SI:87 Formula:C15 H26 O CAS:0-00-0 MolWeight:222 RetIndex:0 CompName:FARNESOL ISOMER A \$\$ 80-60-121 136147 161 179 191 Hit#:4 Entry:289269 Library:WILEY7.LIB SI:86 Formula:C30 H50 CAS:111-02-4 MolWeight:410 RetIndex:0 CompName:2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-, (all-E)- (CAS) Squalen \$\$ Supraene \$\$ Squalene \$\$ Spinacen \$\$ Spinacen cene \$\$ trans-Squalene \$\$ all-trans-Squalene \$\$ 2,6,10,15,19,23-Hexamethyl-2,6,10,14,18,22-tetracosahexaene \$\$ 2,6,10,15,19,23-Hexamethyltetrac osa-2,6,10,14,18,22-hexaene \$\$ 100-80-60-40-175 191 203



SI:86 Formula:C15 H26 O CAS:106-28-5 MolWeight:222 RetIndex:0

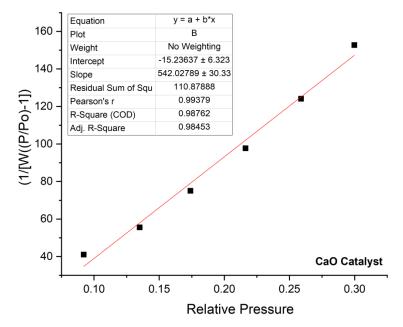
CompName:trans-Famesol \$\$ 2,6,10-Dodecatrien-1-ol, 3,7,11-trimethyl-, (E.E)- (CAS) Inhibitor A2 \$\$ (E.E)-Famesol \$\$ (2E.6E)-Famesol \$\$ all-tra ns-Farnesol \$\$ trans.trans-Farnesol \$\$ 2.6-Di-trans-famesol \$\$ 2-trans.6-trans-Farnesol \$\$ TRANS-TRANS-TRANS-FARNESOL \$\$ FARNESOL TRANS-T RANS \$\$



Lampiran 4. Perhitungan Hasil Penelitian

4.1 Perhitungan BET

4.1.1 Katalis CaO



N= 6,0225 x 10²³ molekul/mol

$$Acs = 16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$W = 28,0134 g$$

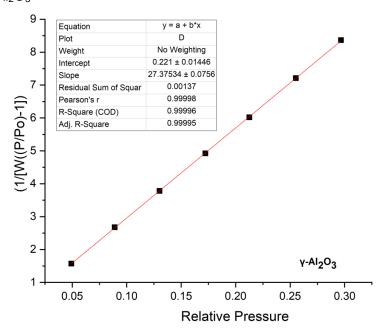
Slope (s) =
$$542,028$$

Intercept (i) =
$$-15,2364$$

$$Wm = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{542,028 + (-15,2364)} = 0,00179$$

$$St = \frac{Wm \times N \times Acs}{W} = \frac{0,00179 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,0134} = 6,611 \text{ m}^2/\text{g}$$

4.1.2 Katalis γ-Al₂O₃



$$Acs = 16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$W = 28,0134 g$$

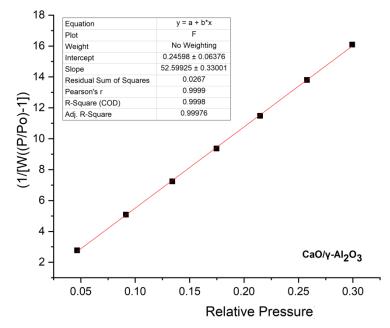
Slope (s) =
$$27,3773$$

Intercept (i) =
$$0.22077$$

$$Wm = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{542,028 + (-15,2364)} = 0,0362$$

$$St = \frac{Wm \times N \times Acs}{W} = \frac{0,0362 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,0134} = 126,187 \text{ m}^2/\text{g}$$

4.1.3 Katalis CaO/γ -Al₂O₃



N= 6,0225 x 10²³ molekul/mol

$$Acs = 16.2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$$

$$W = 28,0134 g$$

Slope (s) =
$$52,5994$$

Intercept (i) = 0.245932

$$Wm = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{542,028 + (-15,2364)} = 0,01892$$

$$St = \frac{Wm \times N \times Acs}{W} = \frac{0,01892 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,0134} = 65,900 \text{ m}^2/\text{g}$$

4.2 Penentuan % Metil Ester

% Metil ester =
$$\frac{\text{Luas area}}{\text{Total Luas area}} \times 100\%$$

4.2.1 Katalis CaO

% metil palmitat =
$$\frac{2736424}{269971846}$$
 x 100% = 1,01%

% metil oleat =
$$\frac{29041628}{269971846}$$
 x 100% = 10,76%

% metil stearat =
$$\frac{3580891}{269971846}$$
 x 100% = 1,33%

% metil risinoleat =
$$\frac{228472332}{269971846}$$
 x 100% = 84,63%

4.2.2 Katalis γ-Al₂O₃

% metil linoleat =
$$\frac{48676}{519829}$$
 x 100% = 9,36%

% metil risinoleat =
$$\frac{440239}{519829}$$
 x 100% = 84,69%

% metil miristat =
$$\frac{7750}{519829}$$
 x 100% = 1,49%

4.2.3 Katalis CaO/γ -Al₂O₃

% metil risinoleat =
$$\frac{165361}{192690}$$
 x 100% = 85,82%

Lampiran 5. Dokumentasi



Proses pengembanan CaO/γ-Al₂O₃



Proses pengovenan hasil sintesis



Hasil setelah di oven selama 24 jam



Hasil sintesis setelah proses tanur



Reaksi transesterfikasi menggunakan variasi katalis CaO, $\gamma\text{-Al}_2O_3$, dan CaO/ $\gamma\text{-Al}_2O_3$



Proses pencucian dengan aquades panas



Penyaringan dengan Na₂SO₄ anhidrat



Hasil metil ester