

Sintesis Dan Karakterisasi Katalis CaO/K₂O dari Batu Gamping untuk Produksi Biodiesel

Synthesis and Characterization of CaO/K₂O Catalyst from Limestone for Biodiesel Production

Faradisa Anindita^{1*}, Dian Permana², Hasriani Said¹

¹ Program Studi Kimia, Universitas Sembilanbelas November Kolaka.

² Program Studi Pendidikan Kimia, Universitas Sembilanbelas November Kolaka

ABSTRAK

Dalam penelitian ini, kami melaporkan katalis basa heterogen CaO/K₂O yang disintesis dan dikarakterisasi dari batu gamping untuk transesterifikasi minyak jelantah menjadi biodiesel. Konversi batu gamping menjadi katalis CaO melalui kalsinasi pada suhu 1000°C selama 3 jam. Katalis CaO/K₂O dibuat dengan metode impregnasi CaO oleh KOH. Katalis dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX). Katalis CaO/K₂O dibandingkan dengan katalis CaO untuk mempelajari aktivitasnya dalam proses transesterifikasi dalam kondisi yang sesuai (suhu reaksi 65°C, pemuatan katalis 5% berat, rasio molar minyak terhadap metanol 1:2, dan waktu reaksi 2 jam). Hasil pengujian katalis menunjukkan aktivitas katalitik dengan rendemen Fatty Acid Methyl Ester (FAME) sebesar 65,2 %. Penggabungan K₂O ke dalam katalis CaO meningkatkan sifat kebasaaan sehingga meningkatkan aktivitas katalitik transesterifikasi.

ABSTRACT

In this study, we report the synthesis and characterization of a heterogeneous base-catalyzed CaO/K₂O from limestone for the transesterification of used cooking oil to biodiesel. Conversion of limestone to CaO catalyst by calcination at 1000°C for 3 hours. CaO/K₂O catalyst was prepared by impregnation method of CaO with KOH. The catalysts were characterized using X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) instruments. The catalysts were compared with CaO and CaO/K₂O catalysts and their activity in the transesterification process under suitable conditions (reaction temperature of 65 °C, catalyst loading of 5 wt%, oil to methanol molar ratio of 1:2, and reaction time 2 hours). Catalytic tests showed catalytic activity with a fatty acid methyl ester (FAME) yield of 65.2%. Incorporation of K₂O into the CaO catalyst increased its basicity and thus enhanced its transesterification catalytic activity.

Kata kunci/keyword: Batu gamping, biodiesel, impregnasi, katalis, minyak jelantah, biodiesel; catalyst; impregnation; limestone; waste cooking oil.

INFO ARTIKEL

Received: 20 May 2023;

Revised: 25 May 2023;

Accepted: 01 June 2023

* corresponding author: faradisaanindita66@gmail.com

DOI: <https://doi.org/10.22437/jisic.v15i1.25254>

PENDAHULUAN

Pada umumnya katalis homogen digunakan untuk produksi biodiesel seperti KOH dan NaOH, namun hal ini menimbulkan masalah karena produk yang dihasilkan masih mengandung katalis dan dapat menyebabkan reaksi samping yang tidak diinginkan. Sehingga, salah satu alternatif yang lebih baik adalah penggunaan katalis heterogen (Lestari, 2019).

Katalis heterogen lebih disukai daripada katalis homogen karena lebih ramah lingkungan dan mudah dipisahkan dari produk (Dossin, 2006). Kalsium oksida (CaO) adalah salah satu katalis heterogen yang banyak dikaji karena aktivitas katalitiknya yang sangat baik dalam reaksi transesterifikasi, ketersediaan melimpah, biaya rendah, dan dapat diperoleh dari bahan galian alam. Katalis CaO umumnya dihasilkan dari dekomposisi kalsium karbonat (CaCO_3) pada suhu tinggi antara 600 dan 1000 °C (Febriana 2022). CaCO_3 dapat diekstraksi dari banyak zat atau bahan alami seperti cangkang telur ayam (Ngaosuwana, 2021), tulang ikan (Lesbani, 2016), dan batugamping (Hamid, 2023). Batugamping merupakan mineral yang ketersediaannya di alam terbuang sia-sia dan terdiri dari kalsium dan magnesium dalam bentuk dolomit $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ (Widiarti, 2021). Selain itu, ketersediaan tambang kapur di Indonesia khususnya di Pulau Buton sangat melimpah. Sehingga dapat digunakan sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel.

Katalis CaO memiliki kelemahan yaitu mudah bereaksi dengan udara dan uap air yang akan membentuk $\text{Ca}(\text{OH})_2$, sehingga

menyebabkan penurunan aktivitas katalitiknya. Oleh karena itu, perlu dilakukan penyisipan logam lain kedalam katalis CaO untuk meningkatkan aktivitas katalitiknya, salah satu metodenya adalah impregnasi basah (Kesic, 2016).

Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Oko dan Feri (2019) yang mensintesis biodiesel dari minyak jarak dengan katalis CaO/ K_2O dari cangkang telur, menghasilkan *yield* sebesar 96%. Bazhdan (2021) juga melakukan sintesis katalis CaO nanopartikel yang diimpregnasi dengan KOH untuk produksi biodiesel dari minyak zaitun menghasilkan konversi biodiesel dengan *yield* 99%. Selanjutnya simpan (2021) juga menggunakan katalis CaO dari cangkang kepiting yang dimodifikasi dengan K_2CO_3 dan TiO_2 juga menunjukkan performa katalis yang baik untuk diaplikasikan pada produksi biodiesel dari minyak jelantah.

Berdasarkan uraian tersebut, maka dalam penelitian ini difokuskan untuk melakukan sintesis dan karakterisasi katalis basa heterogen CaO melalui impregnasi KOH dari batu gamping. KOH merupakan basa kuat yang biasa digunakan menjadi katalis homogen dalam reaksi transesterifikasi FAME, sehingga penelitian ini akan menjadi sumber logam kalium yang memiliki sifat kebasahan tinggi yang dapat meningkatkan aktivitas katalitik transesterifikasi. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi pada pengembangan teknologi produksi biodiesel dengan katalis heterogen yang ramah lingkungan.

METODE PENELITIAN

Sintesis Kalsium Oksida (CaO)

Kalsium oksida disintesis dari batu gamping asal Buton Tengah. Sampel batu gamping sebanyak 155 g dicuci bersih menggunakan air, dan keringkan pada suhu 105°C selama 24 jam, selanjutnya dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Setelah diayak, batu gamping dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 3 jam. Kalsium oksida yang telah disintesis dikarakterisasi uji kebasaaan dan uji XRD.

Sintesis Katalis CaO/K₂O Melalui Impregnasi KOH

Metode sintesis katalis CaO/K₂O dari batu gamping yang digunakan merujuk pada metode penelitian Oko dan Feri (2019) yang telah dimodifikasi. Katalis CaO yang telah dikalsinasi diimpregnasi menggunakan larutan KOH 11%. Sebanyak 100 g katalis CaO dimasukkan kedalam campuran 500 akuades dan 50 mL KOH sambil diaduk menggunakan mangnetik stirer selama 3 jam. Campuran tersebut kemudian disaring menggunakan kertas saring sambil dicuci

menggunakan akuades hingga berwarna bening. Residu dari hasil filtrasi dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 24 jam, dan dikalsinasi kembali pada suhu 500°C selama 5 jam. Katalis yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi uji kebasaaan, uji XRD dan uji SEM-EDX.

Uji Aktivitas Katalitik

Uji aktivitas katalis CaO/K₂O dilakukan untuk pembuatan biodiesel berbahan dasar minyak jelantah. Katalis yang telah disintesis tersebut dimasukan kedalam labu leher tiga dengan konsentrasi 5%, kemudian ditambah minyak:metanol 1:2. Campuran tersebut direfluk pada suhu 65°C selama 2 jam. Setelah direfluks, campuran tersebut dipindahkan kedalam corong pisah dan didiamkan sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan bagian atas dipisahkan, dan dicuci dengan air bersuhu 80°C. Lapisan atas dan bawah yang terbentuk dipisahkan, dan diuapkan kandungan air yang tersisa pada lapisan atas dengan suhu 105°C selama 30 menit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kalsium Oksida dari Batu Gamping

Berdasarkan hasil kalsinasi awal dalam *furnace* pada suhu 1000°C selama 3 jam dapat diketahui bahwa sampel batu gamping mengalami pengurangan jumlah sebesar 40,35% dari 155 g menjadi 92,45 g serta berwarna putih seluruhnya yang menandakan kalsium oksida telah terbentuk sempurna. Penurunan jumlah katalis ini disebabkan karena penguraian senyawa CaCO₃ menjadi CaO dan CO₂ (Malau, 2020).

Katalis CaO/K₂O

Sintesis katalis CaO/K₂O dilakukan melalui metode impregnasi CaO menggunakan larutan KOH 11%. Impregnasi adalah proses yang dapat menaikkan aktivitas katalitik katalis, yang dilakukan dengan memasukan komponen aktif logam kedalam material support (Suryanto, 2020). Logam yang digunakan adalah logam alkali kalium yang memiliki sifat kebasaaan yang tinggi sehingga dapat meningkatkan kebasaaan dari kalsium oksida. Kalsinasi dilakukan sebanyak 2 kali dengan tujuan untuk

mendekomposisi KOH membentuk K_2O dan $2H_2$.

Kalsinasi kedua menghasilkan massa katalis telah berkurang 32.3%. Pengurangan massa ini menandakan KOH telah bereaksi dengan karbon membentuk K_2O .

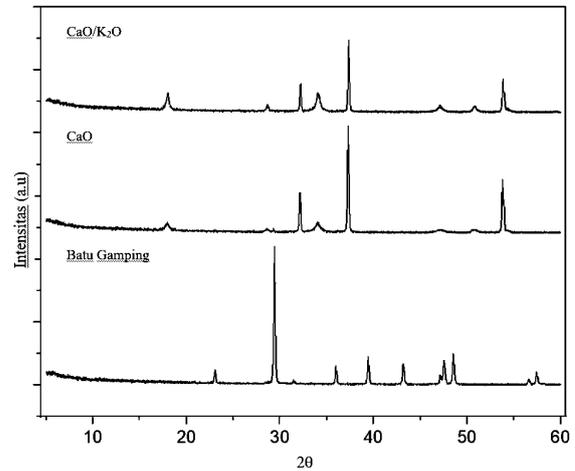
Kebasaan Katalis

Hasil pengujian kebasaaan menggunakan indikator universal menunjukkan CaO mempunyai pH 12, sedangkan pada katalis CaO/ K_2O memiliki pH 13. Hal ini menunjukkan terdapat peningkatan sifat kebasaaan katalis akibat penyusutan logam kalium melalui metode impregnasi.

Karakterisasi XRD

Hasil XRD yang diujikan pada sampel batu gamping, CaO, dan CaO/ K_2O masing-masing ditampilkan pada Gambar 1. Difraktogram batu gamping menunjukkan intensitas kuat pada 29.41° , 29.49° , 39.42° , 43.16° , 47.52° , 48.5° , dan 48.64° . Puncak ini merupakan puncak khas pada senyawa $CaCO_3$, dimana jika dibandingkan dengan data JCPDS untuk $CaCO_3$ muncul pada puncak 29.4° , 39.4° , 43.2° , 47.4° , dan 48.5° . Sementara Pola XRD pada batu gamping yang telah dikalsinasi pada $1000^\circ C$ selama 3 jam menghasilkan spektrum yang tajam dengan kristalinitas yang tinggi muncul pada sudut 2θ 32.12° , 37.27° , 37.38° , 53.79° , 53.96° . Sudut ini menunjukkan senyawa CaO yang telah berhasil terbentuk sesuai dengan data JCPDS CaO muncul pada 32.2° , 37.35° , dan 58.3° . Pada Katalis CaO/ K_2O , K_2O muncul pada 2θ 28.64° dengan intensitas relatif 7.05% (JCPDS File No. 47-1701), hal ini berarti, kristal K_2O telah masuk ke dalam struktur CaO. Kecilnya intensitasi puncak K_2O disebabkan karena konsentrasi sampel

yang kecil. Hal ini sejalan dengan penelitian Simpen (2021) bahwa K_2O muncul pada sudut 28.57° dengan intensitas kecil.

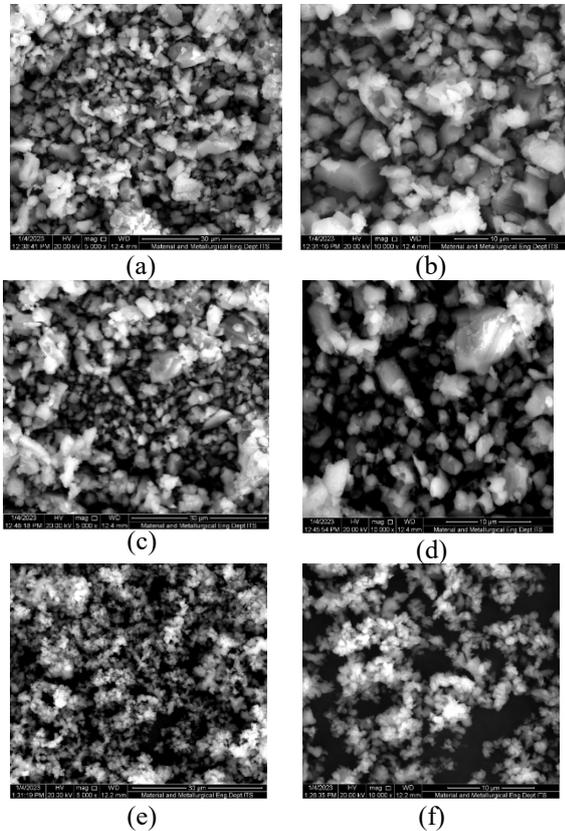


Gambar 1. Difraktogram batu gamping, CaO, dan CaO/ K_2O

Morfologi Katalis

Morfologi katalis dilakukan dengan pengukuran SEM. Morfologi batu gamping, CaO, dan CaO/ K_2O ditunjukkan pada gambar 2. Pada gambar 2a dan 2b morfologi permukaan batu gamping sebelum dilakukan kalsinasi dengan pembesaran 5000x dan 10000x, tampak bahwa ukuran partikel yang cukup besar, memiliki bentuk kubik dan tidak beragam, dan tidak terdapat rongga atau pori-pori pada permukaan sampel. Sementara pada gambar 2c dan 2d menunjukkan morfologi permukaan CaO dimana ukuran partikel terlihat lebih kecil dan telah terbentuk rongga atau pori-pori pada permukaan, serta memiliki bentuk yang lebih seragam. Selanjutnya pada gambar 2e dan 2f memperlihatkan morfologi katalis CaO/ K_2O , dapat diamati katalis berbentuk kubik dan ukuran partikel yang semakin kecil dan beraturan. Pada permukaan katalis dapat diamati rongga antar partikel katalis semakin

besar. Partikel KOH yang sangat terdispersi dalam struktur CaO hampir tidak dapat dibedakan dengan partikel K₂O.

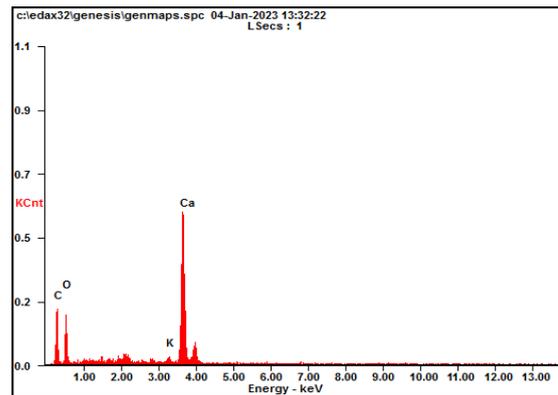


Gambar 2. Morfologi permukaan (a) batu gamping pembesaran 5000x (b) batu gamping pembesaran 10000x (c) CaO pembesaran 5000x (d) CaO pembesaran 10000x (e) CaO/K₂O pembesaran 5000x (f) CaO/K₂O pembesaran 10000x

Karakterisasi EDX

Spektrum EDX ditampilkan pada gambar 3. Gambar tersebut menunjukkan bahwa katalis terdiri dari unsur-unsur Ca, C, O, dan K, masing-masing sebesar 45.16% 13.34%, 40.22%, dan 01.27%. Berdasarkan data tersebut membuktikan bahwa logam kalium berhasil terimpregnasi ke dalam pori-pori CaO. Hal ini juga didukung oleh morfologi katalis yang dikarakterisasi

menggunakan SEM (Gambar 2). Kadar logam kalium yang rendah pada hasil EDX disebabkan kecilnya konsentrasi KOH yang digunakan, hal ini juga didukung oleh intensitas K₂O yang muncul spektrum XRD yang rendah (Gambar 1). Adanya unsur karbon pada data tersebut disebabkan katalis mengalami reaksi dengan uap air dan udara yang mengandung CO₂ sehingga membentuk CaCO₃ kembali (Kesic, 2016).



Gambar 3. Data EDX katalis CaO/K₂O

Aktivitas Katalis pada Produksi Biodiesel

Kinerja katalis CaO/K₂O pada transesterifikasi minyak jelantah menjadi biodiesel tercantum dalam Tabel 1. *Yield* biodiesel yang dihasilkan meningkat 42.9% dengan penambahan katalis CaO/K₂O 5% jika dibandingkan hanya menggunakan katalis CaO.

Tabel 1. *Yield* biodiesel katalis CaO dan CaO/K₂O

Katalis	Yield (%)
CaO	45.6
CaO/K ₂ O	65.2

Peningkatan *yield FAME* (biodiesel) yang signifikan ini disebabkan oleh peningkatan kebasaaan katalis dan luas permukaan dengan peran *doping* K₂O seperti yang terlihat pada hasil karakterisasi

menggunakan XRD dan SEM. Penggabungan K_2O pada katalis CaO menunjukkan aktivitas katalitik yang tinggi pada proses transesterifikasi mungkin karena adanya situs dasar yang kuat. Peneliti sebelumnya menemukan bahwa ikatan O-K dapat meningkatkan aktivitas katalis dalam

proses transesterifikasi (Xie, 2006). Performa katalis ini tidak jauh berbeda jika dibandingkan dengan hasil penelitian Simpen (2021) dengan menggunakan katalis CaO/K_2O bersumber dari cangkang kepiting yang memperoleh *yield* biodiesel sebesar 65,03% dari minyak jelantah.

KESIMPULAN

Katalis CaO/K_2O telah berhasil disintesis dari batu gamping asal Buton Tengah dengan metode impregnasi KOH . Karakteristik katalis ini memiliki sifat kebasaaan dan kristalinitias yang tinggi

dengan bentuk morfologi yang seragam. Katalis dengan konsentrasi 5% menunjukkan aktivitas katalitik yang menjanjikan pada proses transesterifikasi dengan *yield FAME* sebesar 65.2%.

DAFTAR RUJUKAN

- Bazhdan, E., Tamjidi, S., Rouhi, P., & Esmaeili, H. (2021). Synthesis of $KOH@CaO$ Catalyst by Sol-gel Method for Highly Efficient Biodiesel Production from Olive Oil. *Physical Chemistry Research*, 9(1), 43-55.
- Dossin, T. F., Reyniers, M. F., Berger, R. J., & Marin, G. B. (2006). Simulation of heterogeneously MgO -catalyzed transesterification for fine-chemical and biodiesel industrial production. *Applied Catalysis B: Environmental*, 67(1-2), 136-148.
- Febriana, I. D., Hamid, A., Jakfar, A., Abdullah, M., Rohmah, F., Purbaningtias, T. E., ... & Wijaya, S. D. (2022). Pemanfaatan Batu Kapur Madura sebagai Katalis dalam Pembuatan Bioedesel dari Minyak Nyamplung. *Indonesian Journal of Chemical Analysis (IJCA)*, 5(1), 09-17.
- Hamid, A., Jakfar, A., Romaniyah, S. B., Febriana, I. D., Abdullah, M., Rahmawati, Z., & Prasetyoko, D. (2023). Transesterification of Waste Cooking Oil using CaO Catalyst Derived from Madura Limestone for Biodiesel Production and Its Application in Diesel Engine. *Automotive Experiences*, 6(1), 80-93.
- Kesić, Ž., Lukić, I., Zdujić, M., Mojović, L., & Skala, D. (2016). Calcium oxide based catalysts for biodiesel production: A review. *Chemical Industry & Chemical Engineering Quarterly*, 22(4), 391-408.
- Lesbani, A., Sitompul, S. O. C., Mohadi, R., & Hidayati, N. (2016). Characterization and utilization of calcium oxide (CaO) thermally decomposed from fish bones as a catalyst in the production of biodiesel from waste cooking oil. *Makara Journal of Technology*, 20(3), 3.

- Lestari, P. P. (2019). Biodiesel Dari Sawit Dengan Katalis Kalsinasi Cangkang Kerang Darah. *Ready Star*, 2(1), 37-43.
- Malau, N. D., & Adinugraha, F. (2020). Penentuan suhu kalsinasi optimum CaO dari cangkang telur bebek dan cangkang telur burung puyuh. *Jurnal EduMatSains*, 4(2), 193-202.
- Ngaosuwana, K., Chaiyariyakul, W., Inthong, O., Kiatkittipong, W., Wongsawaeng, D., & Assabumrungrat, S. (2021). La₂O₃/CaO catalyst derived from eggshells: Effects of preparation method and La content on textural properties and catalytic activity for transesterification. *Catalysis Communications*, 149, 106247.
- Simpun, I. N., Negara, I. M. S., & Ratnayani, O. (2021). Karakteristik Fisiko-Kimia Katalis Heterogen Cao-Base dan Pemanfaatannya Untuk Konversi Minyak Goreng Bekas Secara Sinambung Menjadi Biodiesel. *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)*, 15(2).
- Suryanto, A. (2020). Preparasi Katalis Dari Cangkang Telur Dengan Metode Impregnasi Untuk Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Kelapa. *Journal of Chemical Process Engineering*, 5(1), 40-44.
- Widiarti, N., Bahruji, H., Holilah, H., Ni'mah, Y. L., Ediati, R., Santoso, E., ... & Prasetyoko, D. (2021). Upgrading catalytic activity of NiO/CaO/MgO from natural limestone as catalysts for transesterification of coconut oil to biodiesel. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1-15.
- Xie, W., Peng, H., & Chen, L. (2006). Transesterification of soybean oil catalyzed by potassium loaded on alumina as a solid-base catalyst. *Applied Catalysis A: General*, 300(1), 67-74.