



**AKTIVITAS KATALITIK KALSIMUM OKSIDA (CaO)  
TULANG IKAN TERHADAP REAKSI  
TRANSESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS**

Skripsi  
disusun sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

oleh  
Wijianto  
4311412049  
**UNNES**  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

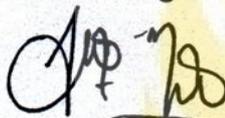
**2016**

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang pada tanggal 8 Agustus 2016.

Semarang, 3 Agustus 2016

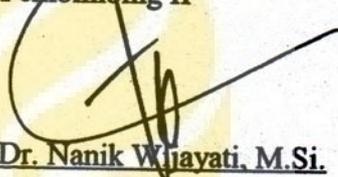
Pembimbing I



Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si.

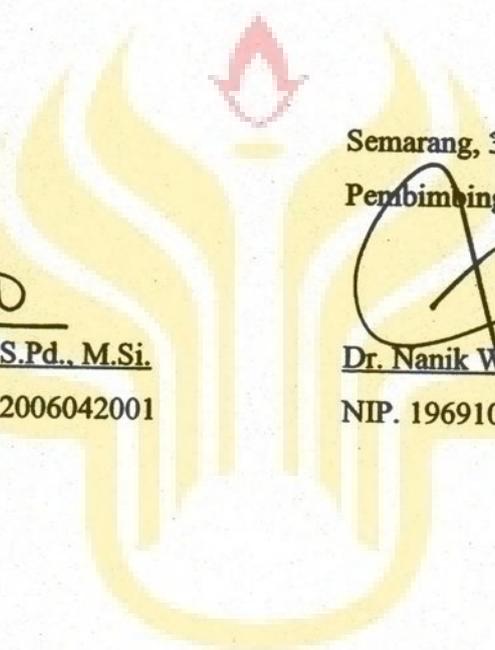
NIP. 197810282006042001

Pembimbing II



Dr. Nanik Wijayati, M.Si.

NIP. 196910231996032002



**UNNES**  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Aktivitas Katalitik Kalsium Oksida (CaO) Tulang Ikan Terhadap Reaksi  
Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas

Disusun oleh

Wijianto

4311412049

Telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES  
pada tanggal 8 Agustus 2016.

Panitia:



Prof. Dr. Zaenuri, S.E., M.Si., Akt.

196412231988031001

Sekretaris

Dr. Nanik Wijayati, M.Si.

196910231996032002

Ketua Penguji

Ir. Sri Wahyuni, M.Si.

196512281991022001

Anggota Penguji/

Pembimbing I

Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si.

NIP. 197810282006042001

Anggota Penguji/

Pembimbing II

Dr. Nanik Wijayati, M.Si.

NIP. 196910231996032002

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.



Semarang, 3 Agustus 2016

Wijianto

4311412049

**UNNES**  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

## MOTTO

*Think left. Think right. Think Low. Think High. Oh, the think you can think up if only you try !!! (Dr. Seuss)*

*Dunia hanyalah sebuah kanvas yang penuh dengan imajinasi 🎵🎵*  
(Henry David Thoreau)

*Bagiku dalam bekerja itu harus terjamin dan diperjuangkan dua hal, yaitu penghasilan harus meningkat dan pengalaman serta pengetahuan harus terus bertambah .... (Soe Hok Gie)*

*Sebaik-baiknya hidup adalah hidup yang bermanfaat bagi orang lain (Mentari)*

## PERSEMBAHAN

*Untuk Ibu, Ayah, dan Adik tersayang*

*Untuk Teman Seperjuangan Kimia Angkatan 2012*



**UNNES**  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

## PRAKATA

Puji dan syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “Aktivitas Katalitik Kalsium Oksida (CaO) Tulang Ikan Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas” tepat pada waktunya.

Selama proses penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang tulus atas bantuan, saran, dan bimbingan dari berbagai pihak. Ucapan terima kasih tersebut penulis sampaikan kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang beserta jajarannya.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang beserta jajarannya.
3. Kepala Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan izin penelitian.
4. Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si. selaku Dosen Pembimbing I yang telah membagikan ilmu, memberikan bimbingan, dan arahan dengan penuh kesabaran sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
5. Dr. Nanik Wijayati, M.Si. selaku Dosen Pembimbing II yang telah memberikan masukan, bimbingan, dan motivasi yang membangun dalam pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi ini.
6. Ir. Sri Wahyuni, M.Si. selaku Dosen Penguji Utama yang telah memberikan saran, evaluasi, dan pengarahan dalam penulisan skripsi ini.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang yang telah membekali ilmu pengetahuan dalam penyusunan skripsi ini.
8. Teknisi, Laboran, dan Pustakawan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang yang telah membantu penulis dalam penelitian.

9. Segenap Asisten Dosen Praktikum Kimia Anorganik dan Asisten Dosen Praktik Kimia Dasar II atas motivasi dan doa yang selalu diberikan ketika waktu penelitian dan penyusunan skripsi ini.
10. Teman Seperjuangan Kimia Angkatan 2012 khususnya rombel 2 yang telah memberikan semangat kepada penulis selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
11. Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari kemungkinan masih terdapat kekurangan dalam penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, saran dan kritik sangat penulis harapkan untuk memperbaiki penyusunan skripsi ini menjadi lebih baik lagi.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan memberikan kontribusi positif bagi khazanah perkembangan ilmu pengetahuan.

Semarang, 3 Agustus 2016

Penulis  
**UNNES**  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

## ABSTRAK

Wijianto. 2016. *Aktivitas Katalitik Kalsium Oksida (CaO) Tulang Ikan Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si. dan Pembimbing Pendamping Dr. Nanik Wijayati, M.Si.

Kata kunci: biodiesel, kalsium oksida, limbah tulang ikan, minyak goreng bekas.

Telah dilakukan preparasi CaO dari limbah tulang ikan dengan proses dekomposisi selama 4 jam pada variasi temperatur 800 °C, 900 °C, dan 1000 °C. Keberadaan CaO dari proses dekomposisi dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM-EDX, dan SAA. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan katalis CaO mempunyai kristalinitas yang tinggi dengan fasa mineral *lime* pada proses dekomposisi 900 °C. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan pita serapan katalis CaO hasil dekomposisi limbah tulang ikan terlihat pada daerah bilangan gelombang 355 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi Ca–O, diperkuat dengan munculnya puncak pada bilangan gelombang 859 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi SEM-EDX menunjukkan katalis dari limbah tulang ikan yang dikalsinasi mempunyai morfologi partikel yang tidak teratur dan mengandung unsur kalsium yang dominan. Hasil karakterisasi SAA menggunakan metode BET menunjukkan bahwa temperatur kalsinasi yang semakin tinggi akan mengurangi luas permukaan katalis CaO dari limbah tulang ikan. Katalis CaO kemudian diaplikasikan untuk sintesis biodiesel dari minyak goreng bekas melalui reaksi transesterifikasi. Hasil optimasi reaksi diketahui CaO hasil dekomposisi limbah tulang ikan 900 °C menunjukkan aktivitas katalitik paling baik dalam reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas yang memberikan rendemen biodiesel sebesar 93% pada penambahan katalis 4% (b/v). Komposisi biodiesel ditentukan dengan GC-MS menghasilkan senyawa metil palmitat, metil linoleat, metil elaidat, metil linoleolat, metil stearat, dan metil linolenat.

## ABSTRACT

Wijianto. 2016. *Catalytic Activity of Calcium Oxide (CaO) Fish Bones on Transesterification Reaction Using Waste Cooking Oil*. Undergraduate Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Primary Supervisor Nuni Widiarti, S.Pd., M.Si. and Companion Supervisor Dr. Nanik Wijayati, M.Si.

Keywords: biodiesel, calcium oxide, waste cooking oil, waste fish bone.

Preparation of CaO from waste fish bones has been carried out systematically by decomposition at various temperatures that is 800 °C, 900 °C, and 1000 °C for four hours. Formation of calcium oxide from decomposition process was characterized using XRD, FTIR, SEM-EDX, and SAA. XRD characterization results indicate CaO catalysts have high crystallinity with the lime mineral phase in the decomposition process 900 °C. FTIR characterization results indicate the absorption bands of CaO from calcined waste fish bones shown at 355 cm<sup>-1</sup> regions showed the presence of Ca–O vibration, reinforced by the emergence of a peak at 859 cm<sup>-1</sup>. SEM-EDX characterization results indicate catalysts from the calcined waste fish bones typically comprises an irregular shape of particles and contain calcium dominant element. SAA characterization results using the BET method indicate that the high-temperature calcination that will reduce the specific surface area of the catalysts CaO from waste fish bones. CaO was applied for biodiesel synthesis from waste cooking oil through the transesterification reaction. The result of the optimization is known that the CaO decomposed from waste fish bones 900 °C exhibited good catalytic activity in the transesterification of waste cooking oil providing maximum biodiesel yield of 93% at 4% (b/v) of catalyst loading. The composition of biodiesel is determined by GC-MS produces methyl palmitate, methyl linoleate, methyl elaidate, methyl linoleolate, methyl stearate, dan methyl linolenate.

# DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN PEMBIMBING .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN .....	v
PRAKATA.....	vi
ABSTRAK .....	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	5
1.3. Tujuan Penelitian .....	5
1.4. Manfaat Penelitian .....	5
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA .....	6
2.1. Biodiesel.....	6
2.2. Minyak Goreng Bekas.....	7
2.3. Reaksi Pembuatan Biodiesel .....	8
2.3.1. Reaksi Esterifikasi .....	8
2.3.2. Reaksi Transesterifikasi .....	10
2.4. Katalis .....	13
2.5. Kalsium Oksida.....	15
2.6. Limbah Tulang Ikan.....	20
2.7. Karakterisasi Katalis .....	23
2.7.1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	23

2.7.2. <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i> .....	24
2.7.3. <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	26
2.7.4. <i>Surface Area Analyzer (SAA)</i> .....	28
2.8. Karakterisasi Biodiesel.....	29
2.8.1. <i>Gas Chromatography (GC)</i> .....	29
2.8.2. <i>Gas Chromatography Mass Spectrofotometer (GC-MS)</i> .....	31
<b>BAB 3. METODE PENELITIAN</b> .....	<b>34</b>
3.1. Lokasi Penelitian.....	34
3.2. Sampel Penelitian.....	34
3.3. Variabel Penelitian.....	35
3.4. Alat dan Bahan.....	36
3.5. Prosedur Kerja.....	37
3.5.1. Preparasi Katalis Kalsium Oksida Limbah Tulang Ikan .....	37
3.5.2. Preparasi Zeolit Alam Teraktivasi .....	38
3.5.3. Preparasi Minyak Goreng Bekas .....	38
3.5.4. Penentuan Angka Asam Minyak Goreng Bekas Sebelum dan Sesudah Preparasi .....	39
3.5.5. Uji Aktivitas Katalitik Kalsium Oksida Hasil Sintesis Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas.....	39
3.6. Karakterisasi Katalis .....	40
3.6.1. Analisis Fasa Mineral Menggunakan XRD .....	40
3.6.2. Analisis Ikatan Kimia Menggunakan FTIR.....	41
3.6.3. Analisis Morfologi Partikel Menggunakan SEM .....	41
3.6.4. Analisis Luas Permukaan Menggunakan SAA.....	42
3.7. Karakterisasi Biodiesel.....	43
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>44</b>
4.1. Preparasi Katalis Kalsium Oksida Limbah Tulang Ikan.....	44
4.2. Karakterisasi Katalis .....	47
4.2.1. Analisis Fasa Mineral Menggunakan XRD .....	47
4.2.2. Analisis Ikatan Kimia Menggunakan FTIR.....	50
4.2.3. Analisis Morfologi Partikel Menggunakan SEM .....	53

4.2.4. Analisis Luas Permukaan Menggunakan SAA.....	57
4.3. Preparasi Minyak Goreng Bekas.....	58
4.4. Uji Aktivitas Katalitik Kalsium Oksida Hasil Sintesis Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas.....	60
4.5. Identifikasi Senyawa Hasil Reaksi Transesterifikasi .....	65
4.6. Analisis Sifat Fisik Biodiesel Hasil Optimasi.....	69
BAB V. PENUTUP.....	72
5.1. Simpulan .....	72
5.2. Saran.....	73
DAFTAR PUSTAKA .....	74
LAMPIRAN.....	81



## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Standar Kualitas Biodiesel Menurut SNI 04-7182-2006 Dirjen Migas .....	6
2.2. Komposisi Asam Lemak Minyak Segar dan Minyak Goreng Bekas .....	7
4.1. Hubungan Antara Temperatur Kalsinasi dan Berat Sampel Sesudah Kalsinasi .....	46
4.2. Ukuran Kristal Katalis Hasil Sintesis dari Analisis XRD Menggunakan Metode Debye Scheerer .....	50
4.3. Hasil Pengukuran Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jejari Pori, dan Volume Total Pori Katalis .....	57
4.4. Data Angka Asam Minyak Goreng Bekas .....	60
4.5. Persen Area Produk dengan Variasi Jumlah Katalis .....	62
4.6. Persen Area Produk dengan Variasi Jenis Katalis .....	63
4.7. Hasil Interpretasi Kromatogram GC MS Biodiesel .....	67
4.8. Hasil Analisis Sifat Fisik Biodiesel Hasil Optimasi .....	69



## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Reaksi Esterifikasi Asam Lemak dengan Metanol .....	8
2.2. Reaksi Transesterifikasi Trigliserida dengan Metanol.....	10
2.3. Mekanisme Reaksi Transesterifikasi antara Trigliserida dengan Metanol Menggunakan Katalis CaO.....	12
2.4. Difraktogram Katalis Heterogen Hasil Kalsinasi Limbah Cangkang Kulit Telur Temperatur 200 °C sampai 1000 °C.....	24
2.5. Spektrum FTIR Hasil Kalsinasi <i>Achatina fulica</i> Temperatur 700 °C.....	26
2.6. Gambar SEM Katalis Heterogen Berbahan Limbah Cangkang Kulit Telur Hasil Kalsinasi 800 °C.....	27
2.7. Kromatogram GC MS Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Metanol.....	33
4.1. Penampakan Fisik Katalis Hasil Sintesis CaO Standar Merck Limbah Tulang Ikan Dekomposisi 800 °C Limbah Tulang Ikan Dekomposisi 900 °C Limbah Tulang Ikan Dekomposisi 1000 °C .....	46
4.2. Difraktogram Katalis CaO Pembanding dan CaO Hasil Dekomposisi Limbah Tulang Ikan yang Dikalsinasi pada Temperatur 800 °C, 900 °C, 1000 °C .....	48
4.3. Hasil Spektrum IR Katalis CaO Pembanding dan CaO Hasil Dekomposisi Limbah Tulang Ikan yang Dikalsinasi pada Temperatur 800 °C, 900 °C, 1000 °C .....	51
4.4. Foto SEM Perbesaran 20.000 kali Katalis CaO Pembanding dan CaO Hasil Dekomposisi Limbah Tulang Ikan yang Dikalsinasi pada Temperatur 800 °C, 900 °C, 1000 °C .....	53
4.5. Hasil Analisis Kualitatif Pengujian EDX Katalis CaO Pembanding dan CaO Hasil Dekomposisi Limbah Tulang Ikan yang Dikalsinasi pada Temperatur 800 °C, 900 °C, 1000 °C .....	55
4.6. Grafik Hasil Analisis Kuantitatif Pengujian EDX Berdasarkan Wt% dan Grafik Hasil Analisis Kuantitatif Pengujian EDX Berdasarkan At% .....	56

4.7. Proses Preparasi Minyak Goreng Bekas Menggunakan Zeolit Alam	
Teraktivasi dan Penyaringan Setelah Adsorpsi .....	59
4.8. Kromatogram GC MS Biodiesel Hasil Optimasi.....	66



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir Penelitian .....	81
2. Persiapan Pembuatan Larutan .....	86
3. Perhitungan Jumlah Katalis.....	88
4. Perhitungan Angka Asam .....	89
5. Data Hasil Analisis Fasa Mineral Katalis Menggunakan XRD .....	90
6. Data Hasil Analisis Ikatan Kimia Katalis Menggunakan FTIR.....	102
7. Data Hasil Analisis Morfologi Partikel Katalis Menggunakan SEM .....	106
8. Data Hasil Analisis Luas Permukaan Katalis Menggunakan SAA.....	112
9. Data Identifikasi Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan GC .....	124
10. Data Identifikasi Jenis Senyawa Biodiesel Hasil Optimasi Menggunakan GC MS.....	125
11. Analisis Data Sifat Fisika Biodiesel Hasil Optimasi .....	132
12. Dokumentasi Penelitian .....	134



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Saat ini penelitian tentang biodiesel dari minyak goreng bekas sebagai sumber energi alternatif telah banyak dilakukan. Keuntungan yang diperoleh dengan menggunakan biodiesel dari minyak goreng bekas dibandingkan bahan bakar diesel dari bahan baku minyak bumi menurut Ofori-Boateng dan Lee (2013), adalah dapat diperbaharui, mudah terurai, ramah lingkungan, tidak toksik, menghasilkan emisi karbon yang rendah, tidak mengandung sulfur, dan polutan lain. Habib *et al.*, (2010) menyebutkan biodiesel dari minyak goreng bekas dapat menurunkan emisi gas rumah kaca sampai 45%.

Pada umumnya pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas dilakukan melalui reaksi esterifikasi dengan menggunakan katalis asam homogen dan melalui reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis basa homogen atau enzim. Hasil konversi pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis basa homogen mencapai 98%, dengan menggunakan katalis asam homogen mencapai 99%, dan dengan menggunakan katalis enzim dapat mencapai 91% (Mittelbach dan Renschmidt, 2004). Namun penggunaan katalis homogen memiliki kekurangan sebab katalis terlarut sempurna di dalam gliserol dan larut sebagian di dalam biodiesel, sehingga perlu dilakukan proses pemisahan campuran tersebut. Selain itu, katalis homogen tidak dapat digunakan kembali dan memerlukan *treatment* khusus agar tidak mencemari lingkungan (Singh *et al.*, 2006). Oleh sebab

itu perlu dikembangkan katalis heterogen yang dapat membantu dalam reaksi transesterifikasi yang lebih ramah lingkungan, pemisahannya lebih mudah, dan dapat digunakan kembali.

Banyak padatan yang telah diteliti sebagai katalis heterogen dalam reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas, antara lain oksida-oksida dari logam-logam transisi, alkali, dan alkali tanah. Oksida logam-logam transisi cenderung bersifat asam dan menghasilkan yield biodiesel yang rendah. Berbeda dengan oksida logam alkali dan alkali tanah yang bersifat basa dan menghasilkan konversi biodiesel yang tinggi (Mittelbach dan Remschmidt, 2004). Katalis heterogen oksida logam yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas adalah CaO, dikarenakan memiliki kekuatan basa yang relatif tinggi, ramah lingkungan, dan kelarutan yang rendah dalam metanol (Zabeti *et al.*, 2009).

Cho *et al.*, (2009) telah menyiapkan katalis CaO dari  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{OO})_2$ ,  $\text{CaCO}_3$ , dan  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  untuk reaksi transesterifikasi antara tributyrin dengan metanol.  $\text{CaCO}_3$  merupakan sumber utama CaO yang digunakan dalam berbagai bidang industri dan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  merupakan prekursor yang tepat untuk menyiapkan CaO murni. Sedangkan  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{OO})_2$ , dan  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  merupakan bahan-bahan yang mempunyai kelarutan yang besar di dalam air. Aktivitas katalitik yang besar ditunjukkan dari katalis yang bersumber dari  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , ditandai dengan luas permukaan yang besar sekitar  $25 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  dan menghasilkan konversi biodiesel sebesar 95%.

Hasil penelitian Ngamcharussrivichai *et al.*, (2010) menunjukkan batu kapur dan turunannya dianggap layak sebagai sumber bahan katalis CaO.

Campuran Ca-Mg karbonat yang disebut dolomit merupakan sumber bahan aktif katalis CaO. CaO yang diturunkan dari dolomit mempunyai aktivitas katalitik yang aktif dibandingkan dengan CaO yang diturunkan dari batu kapur. Dekomposisi termal dolomit pada 1073 K akan menghasilkan bentuk oksida yang sempurna. Sedangkan sumber bahan baku batu kapur, sebagian dari mineral kalsit masih tetap ada setelah kalsinasi sehingga mengakibatkan berkurangnya aktivitas katalitiknya.

Baru-baru ini, penggunaan limbah sebagai bahan baku untuk sintesis katalis CaO telah menarik minat peneliti. Penggunaan limbah sebagai bahan baku penelitian selain bisa mengurangi dan mendaur ulang limbah yang sudah tidak terpakai lagi, juga secara serempak dapat mengurangi biaya untuk sintesis katalis yang biasanya relatif mahal. Nakatani *et al.*, (2009) telah melakukan penelitian reaksi transesterifikasi minyak kacang kedelai dengan metanol menggunakan katalis limbah cangkang kerang hasil kalsinasi pada temperatur 1000 °C menghasilkan yield biodiesel sebesar 96%. Viriya-empikul *et al.*, (2012) pun telah melakukan penelitian reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan metanol menggunakan katalis limbah kulit telur hasil kalsinasi pada temperatur 800 °C menghasilkan yield biodiesel sebesar 94%. Jazie *et al.*, (2013) juga telah melakukan penelitian reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dengan metanol menggunakan katalis limbah tulang hewan hasil kalsinasi pada temperatur 900 °C menghasilkan yield biodiesel sebesar 96%. Sirisomboonchai *et al.*, (2015) melakukan penelitian reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas dengan metanol menggunakan katalis limbah *scallop shell (Patinopecten yessoensis)* hasil

kalsinasi pada temperatur 1000 °C menghasilkan yield biodiesel sebesar 86%. Berdasarkan penelitian diatas, bahan sisa dari cangkang kerang, kulit telur, dan tulang hewan ternyata berpotensi sebagai salah satu sumber CaO.

Pada penelitian ini, akan dilakukan upaya mencari sumber bahan baku CaO yang lain yaitu limbah tulang ikan. Limbah tulang ikan dapat diperoleh dari industri *fillet* ikan, industri penepungan ikan, maupun pengalengan ikan. Dengan adanya kebijakan pemerintah membatasi ekspor ikan dalam bentuk utuh sejak tahun 2008, maka hal ini akan memacu tumbuhnya unit-unit industri pengolahan ikan yang berpotensi menghasilkan limbah tulang ikan yang lebih banyak. Beberapa jenis ikan yang masih boleh diekspor dalam bentuk utuh, antara lain bawal hitam, bawal putih, gurita, ekor kuning, lobster, kerapu bebek, dan sunu. Limbah industri pengolahan ikan masih banyak dihasilkan di daerah sekitar pesisir pantai Utara Jawa Kabupaten Pati adalah limbah tulang ikan tuna.

Secara fisik, daging ikan tuna tebal dan mempunyai tulang utama yang mengumpul di tengah. Selama ini, limbah industri pengolahan ikan tuna belum banyak dimanfaatkan secara luas, hanya dimanfaatkan sebagai pakan ternak. Limbah tulang ikan tuna merupakan sumber mineral kalsium yang berpotensi menjadi sumber CaO, dimana Ca pada tulang berada dalam bentukan garam kalsium dan fosfor, terdeposit dalam jaringan matriks lunak yang terdiri dari bahan organik mengandung serat kolagen dan gel mukopolisakarida (Piliang, 2011). Konversi Ca menjadi CaO diharapkan terbentuk melalui dekomposisi termal kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dari tulang ikan yang dipanaskan pada temperatur tinggi.

## 1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka permasalahan yang diteliti dapat dirumuskan sebagai berikut:

- a. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap karakteristik katalis CaO hasil sintesis meliputi kristalinitas dan luas permukaan ?
- b. Bagaimana kondisi optimal reaksi pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas berdasarkan variasi persentase jumlah katalis CaO hasil sintesis (b/v) terhadap reaktan ?

## 1.3. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi terhadap karakteristik katalis CaO hasil sintesis meliputi kristalinitas dan luas permukaan.
- b. Mengetahui kondisi optimal reaksi pembuatan biodiesel dari minyak goreng bekas berdasarkan variasi persentase jumlah katalis CaO hasil sintesis (b/v) terhadap reaktan.

## 1.4. Manfaat Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk memberikan manfaat sebagai berikut:

- a. Menambah nilai ekonomis pada limbah tulang ikan dan minyak goreng bekas.
- b. Mengurangi pencemaran lingkungan akibat semakin banyaknya limbah tulang ikan dan minyak goreng bekas.
- c. Membantu pemerintah dalam mengatasi kelangkaan bahan bakar minyak khususnya bahan bakar minyak jenis solar.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar mesin diesel yang berupa metil ester. Bahan bakar ini dibuat dari minyak atau lemak nabati dengan proses metanolisis melalui reaksi transesterifikasi dengan produk sampingnya berupa gliserol atau dari asam lemak bebas melalui reaksi esterifikasi dengan metanol yang produk sampingnya berupa air (Arita *et al.*, 2008).

Biodiesel mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan dengan solar, yaitu dihasilkan dari bahan baku minyak nabati yang dapat diperbaharui, *biodegradable*, memiliki titik nyala yang tinggi sehingga aman untuk penyimpanan, dan bahan bakar yang ramah lingkungan karena menghasilkan emisi yang jauh lebih baik (*free sulphur, smoke number*) sesuai dengan isu-isu global sekarang ini (Xue *et al.*, 2011).

Menurut Purwaningsih *et al.*, (2012) untuk mengetahui kualitas biodiesel maka diperlukan standar sehingga dapat dipastikan kelayakannya. Tabel standar kualitas biodiesel disajikan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Standar Kualitas Biodiesel Menurut SNI 04-7182-2006 Dirjen Migas

Parameter	Batas Nilai	Metoda Uji
Massa jenis pada 40 °C (Kg/m <sup>3</sup> )	850 – 890	ASTM D 1298
Vikositas kinematika pada 40 °C (mm <sup>2</sup> /s)	2.3 – 6.0	ASTM D 445
Angka setana	Min. 51	ASTM D 613
Titik nyala (°C)	Min. 100	ASTM D 93
Titik kabut (°C)	Min. 18	ASTM D 2500
Angka Iodium (g-I2/100g)	Max. 115	AOCS Cd 1-25

(Standar Nasional Indonesia, 2006)

## 2.2. Minyak Goreng Bekas

Minyak goreng bekas merupakan minyak sisa setelah digunakan untuk menggoreng bahan makanan. Minyak goreng bekas yang digunakan berkali-kali dalam proses menggoreng bahan makanan dengan suhu tinggi akan mengalami perubahan baik secara fisik dengan adanya perubahan warna dari bening menjadi berwarna gelap dan secara kimia telah mengalami perubahan reaksi hidrolisis, oksidasi, dan polimerasi termal (Wahab *et al.*, 2011).

Menurut Mahreni (2010), proses pemanasan dengan suhu tinggi dapat mempercepat hidrolisis trigliserida dan meningkatkan kandungan asam lemak bebas di dalam minyak. Minyak goreng bekas lebih kental disebabkan oleh pembentukan dimer dan polimer asam dan gliserida di dalam minyak goreng bekas karena pemanasan sewaktu digunakan. Kandungan hampir semua asam lemak bebas yang ada di dalam minyak goreng bekas lebih tinggi dibandingkan dengan di dalam minyak goreng segar. Tabel komposisi asam lemak bebas di dalam minyak segar dan minyak goreng bekas disajikan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Komposisi Asam Lemak Minyak Segar dan Minyak Goreng Bekas

Asam Lemak	Minyak Bunga Matahari	Minyak Kedelai	Minyak Goreng Bekas
Lauric (12:1)	-	-	9,95
Myristic (14:0)	0,06	0,07	0,19
Palmitic (16:0)	5,68	10,87	8,9
Palmitoleic (16:0)	0,14	0,10	0,22
Stearic (18:0)	3,61	3,66	3,85
Oleic (18:0)	34,27	23,59	30,71
Linoleic (18:3)	54,79	53,86	54,35
Linolenic (18:3)	0,07	6,49	0,27
Arachidic (20:0)	0,25	0,37	0,29
Gidoleic (20:1)	0,13	0,22	0,18
Bahenic (22:0)	0,69	0,45	0,61

(Mahreni, 2010)

## 2.3. Reaksi Pembuatan Biodiesel

Reaksi pembuatan biodiesel dengan bahan baku minyak berasam lemak bebas tinggi akan menimbulkan banyak rute. Rute yang paling sering digunakan yaitu reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi.

### 2.3.1. Reaksi Esterifikasi

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi antara asam lemak dengan alkohol menghasilkan ester. Reaksi esterifikasi disajikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Reaksi Esterifikasi Asam Lemak dengan Metanol  
(Mittelbach & Remschmidt, 2006)

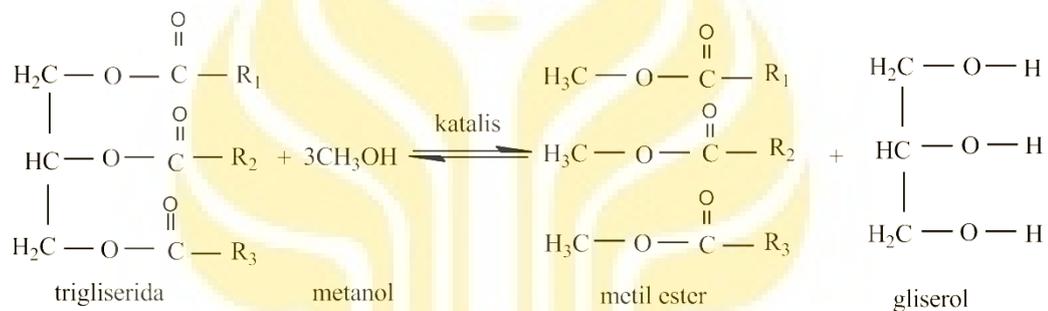
Reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya jumlah asam lemak bebas, jumlah pereaksi metanol, waktu reaksi, temperatur reaksi, konsentrasi katalis yang ditambahkan, dan pengadukan. Semakin tinggi jumlah metanol yang digunakan dan kandungan asam lemak bebas pada minyak, maka semakin tinggi rendemen metil ester serta semakin kecil kandungan asam lemak bebas di akhir reaksi. Semakin lama waktu reaksi maka rendemen metil ester yang diperoleh besar. Begitu pula semakin tinggi temperatur yang dioperasikan maka rendemen metil ester yang dihasilkan juga semakin besar. Namun jumlah katalis yang berlebihan tidak meningkatkan rendemen metil ester, biasanya jumlah katalis yang sering dipakai antara 1% sampai 10% dari berat campuran pereaksi. Pengadukan akan menambah frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga mempercepat reaksi (Hu *et al.*, 2011).

Reaksi esterifikasi bersifat reversibel, guna memperoleh rendemen tinggi dari ester itu, kesetimbangan harus digeser ke arah sisi ester. Satu teknik untuk mencapai ini adalah menggunakan salah satu zat pereaksi yang murah secara berlebihan. Teknik lain adalah membuang salah satu produk dari dalam campuran reaksi. Bertambahnya halangan sterik dalam zat antara, maka laju pembentukan ester akan menurun. Rendemen esternya pun berkurang karena spesi yang kurang terintangi atau pereaksi akan lebih disukai (Mittelbach & Remschmidt, 2006).

Reaksi esterifikasi termasuk reaksi kesetimbangan yang lambat, sekalipun sudah dipercepat dengan kehadiran katalis yang baik dan berjumlah cukup. Reaksi esterifikasi baik jika dalam suasana asam sehingga perlu ditambahkan katalis asam. Katalis asam berfungsi untuk mengurangi energi aktivasi pada suatu reaksi sehingga pada temperatur tertentu nilai konstanta kecepatan reaksi semakin besar. Katalis asam yang sering digunakan untuk reaksi ini adalah asam mineral kuat dan resin penukar kation. Asam mineral kuat yang banyak dipakai adalah asam klorida, asam sulfat, dan asam fosfat. Asam klorida banyak dipakai untuk skala laboratorium, namun jarang dipakai untuk skala industri karena sangat korosif. Asam fosfat jarang digunakan sebagai katalis karena memberikan laju reaksi yang relatif lambat. Asam sulfat paling banyak digunakan dalam industri karena memberikan konversi tinggi dan laju reaksi yang relatif cepat. Selain asam mineral, katalis lainnya adalah resin penukar kation yang fasanya padat sehingga pemisahannya lebih mudah dan dapat dipakai berulang. Selain itu, ester yang terbentuk tidak perlu dinetralkan. Namun, resin penukar kation merupakan katalis yang mahal dibandingkan dengan asam mineral (Hambali *et al.*, 2008).

### 2.3.2. Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi perubahan bentuk dari satu jenis ester menjadi bentuk ester yang lain. Reaksi transesterifikasi dengan alkohol juga dikenal dengan nama alkoholisis sehingga reaksi ini disebut juga metanolisis. Reaksi metanolisis mempunyai syarat, yaitu minyak harus bersih, tanpa air, dan netral. Persamaan stoikiometri reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol disajikan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Reaksi Transesterifikasi Trigliserida dengan Metanol (Mittelbach & Remschmidt, 2006)

Beberapa parameter yang mempengaruhi proses reaksi transesterifikasi yaitu kandungan asam lemak bebas dalam minyak, kandungan air dalam minyak, rasio mol minyak dengan mol alkohol, temperatur, dan waktu reaksi. Untuk memperoleh hasil maksimum dalam proses transesterifikasi maka alkohol yang digunakan harus bebas air dan kandungan asam lemak bebas dalam minyak kurang dari 1%. Adanya air dalam reaksi transesterifikasi akan menyebabkan terjadinya hidrolisis (Van Gerpen *et al.*, 2004). Clements dan Hanna (1998) menyarankan bahwa hasil maksimum metil ester diperoleh pada rasio mol 6:1 karena rasio mol di atas 6:1 tidak akan meningkatkan hasil metil ester tetapi akan menyulitkan pemisahan metil ester dan gliserol. Knothe *et al.*, (2005) menyatakan

bahwa pada suhu lebih dari 60 °C dengan perbandingan mol antara metanol dengan minyak minimal 6:1, reaksi akan berlangsung sempurna dalam kurun waktu 1 jam menghasilkan metil ester, etil ester, atau butyl ester. Walaupun minyak kasar dapat ditransesterifikasi, namun ester yang dihasilkan mengalami penurunan karena adanya gum dan kotoran yang ada dalam minyak kasar tersebut.

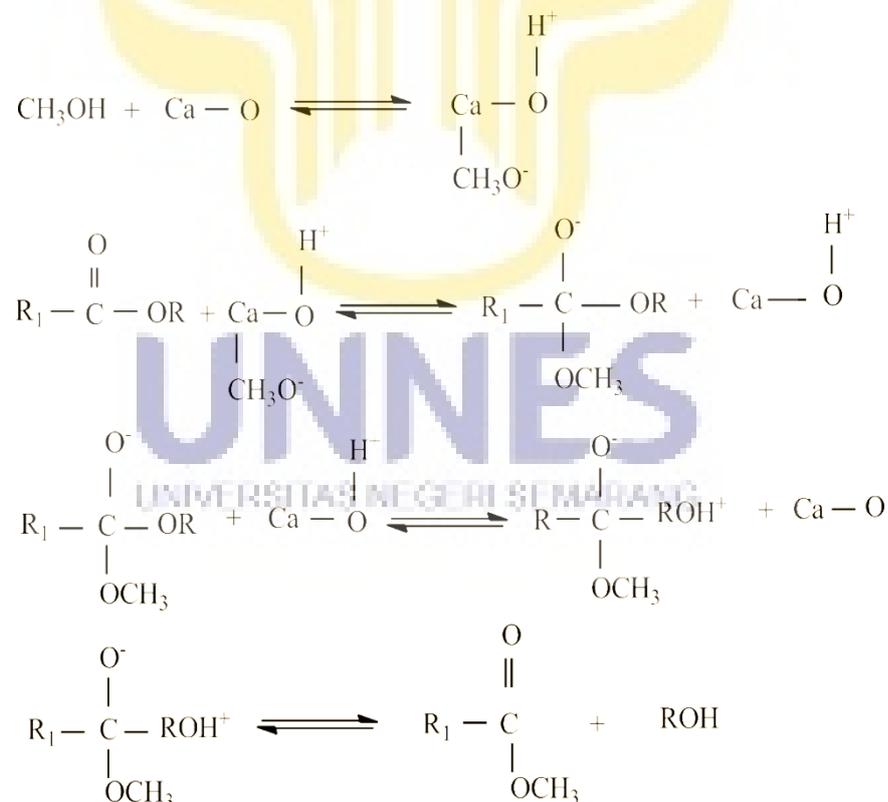
Reaksi transesterifikasi bertujuan menurunkan viskositas minyak, sehingga mendekati nilai viskositas solar. Nilai viskositas tinggi akan menyulitkan pemasukkan bahan bakar dari tangki ke ruang bahan bakar mesin dan menyebabkan atomisasi lebih sukar terjadi. Hal ini mengakibatkan pembakaran kurang sempurna dan menimbulkan endapan pada nozel (Hambali *et al.* 2008).

Reaksi transesterifikasi minyak menjadi metil ester dilakukan tergantung pada mutu awal minyak. Minyak yang mengandung asam lemak bebas tinggi dengan efisien dikonversi menjadi esternya melalui beberapa tahap, yaitu reaksi yang melibatkan katalis asam untuk mengesterifikasi asam lemak bebas yang dilanjutkan dengan transesterifikasi berkatalis basa yang mengkonversi sisa trigliserida. Jika minyak mengandung asam lemak bebas rendah, transesterifikasi dapat dilakukan dengan satu tahap (Widyawati, 2007).

Reaksi transesterifikasi termasuk reaksi yang bersifat eksoterm. Beberapa hal yang dilakukan untuk meningkatkan perolehan produk, seperti meningkatkan jumlah alkohol yang dimasukkan ke dalam reaktor, segera memisahkan gliserol yang terbentuk, dan menurunkan temperatur reaksi. Keberadaan asam lemak yang besar akan menghambat kerja katalis, sedangkan keberadaan air akan mengakibatkan adanya reaksi penyabunan. Konversi biodiesel meningkat jika

temperatur diturunkan, namun laju reaksi akan semakin lambat seiring dengan penurunan temperatur sehingga perlu ditentukan temperatur reaksi yang optimal (Khemthong *et al.*, 2012).

Pada reaksi transesterifikasi ini, metanol sebagai reaktan dikarenakan alkohol yang paling reaktif. Reaksi transesterifikasi dapat menghilangkan secara seutuhnya kandungan trigliserida, menurunkan titik didih, titik nyala, dan titik beku dari minyak yang direaksikan. Hal ini dilakukan agar metil ester yang dihasilkan dapat digunakan sebagai biodiesel pada mesin diesel tanpa merubah atau merusak mesin diesel. Mekanisme reaksi transesterifikasi antara trigliserida dan metanol dengan bantuan katalis CaO disajikan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Mekanisme Reaksi Transesterifikasi antara Trigliserida dengan Metanol Menggunakan Katalis CaO (Kouzu *et al.*, 2008)

## 2.4. Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada temperatur tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Katalis dapat menurunkan energi aktivasi dengan jalan memberikan suatu lintasan lain yang menghindari tahap reaksi yang paling lambat. Energi aktivasi ada hubungannya dengan harga konstanta kecepatan reaksi. Makin rendah harga energi aktivasi, harga konstanta kecepatan reaksi makin tinggi (Santosa, 2010).

Katalis umumnya bekerja membentuk ikatan kimia dengan satu atau lebih reaktan. Pembentukan ikatan kimia antara adsorbat dengan permukaan katalis dan pemutusan ikatan tersebut pada langkah berikutnya merupakan langkah utama proses katalitik. Ikatan kimia yang terlalu lemah mengakibatkan absorpsi kimia tidak akan terjadi, sedangkan ikatan terlalu kuat mengakibatkan desorpsi akan sukar terjadi (Narasimharao *et al.*, 2007).

Proses katalitik berhubungan dengan luas permukaan katalis yang berfungsi sebagai situs adsorpsi. Adsorpsi pada permukaan katalis agar dapat berlangsung harus mempunyai energi aktivasi yang relatif rendah dan mampu membentuk spesies permukaan yang reaktif. Reaksi dilakukan sesuai dengan energi yang dibutuhkan untuk pemutusan ikatan yang dihasilkan dari pembentukan ikatan yang sesuai. Energi yang terlalu besar dalam suatu reaksi akan berpengaruh terhadap pemutusan ikatan yang mengakibatkan pembentukan ikatan yang tidak diharapkan sedangkan energi yang terlalu kecil kurang mendukung proses pemutusan ikatan karena energi yang dibutuhkan tidak memadai (Atkins, 1982).

Menurut Smith *et al.*, (1994), katalis berdasarkan pada fase-fasenya digolongkan dalam katalis homogen dengan arti fase yang sama dengan campuran reaksinya dan heterogen dengan arti fase yang berbeda dengan campuran reaksinya.

Katalis homogen terdiri atas dua jenis yaitu katalis asam homogen dan katalis basa homogen. Katalis asam homogen yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi misalnya  $H_2SO_4$ ,  $HCl$ , dan  $H_3PO_4$ . Penggunaan katalis asam homogen memerlukan waktu reaksi lama, menyebabkan korosi pada reaktor, rasio mol alkohol dengan minyak harus besar, dan temperatur reaksi tinggi. Katalis basa homogen yang umum digunakan dalam reaksi transesterifikasi yaitu  $KOH$  dan  $NaOH$ . Penggunaan katalis basa homogen menimbulkan masalah pada proses pemisahan produk reaksi sehingga menghasilkan limbah pencucian dalam jumlah yang besar. Jika minyak yang digunakan mengandung asam lemak bebas tinggi, akan terjadi reaksi antara katalis dengan asam lemak bebas membentuk sabun (Mittelbach dan Remschmidt, 2004).

Katalis heterogen terdiri atas dua jenis yaitu katalis asam heterogen dan katalis basa heterogen. Katalis basa heterogen yang sering digunakan adalah logam pengemban dan senyawa oksida logam seperti logam alkali dan logam alkali tanah. Katalis basa heterogen untuk sistem logam pengemban umumnya menggunakan logam-logam transisi yang memiliki orbital d yang kosong. Oksida logam alkali tanah, seperti  $MgO$ ,  $CaO$ ,  $SrO$ , dan  $BaO$  (Kouzu *et al.*, 2012). Lee *et al.*, (2014) telah menggunakan  $CaO$  pada reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dan minyak kelapa sawit menghasilkan yield biodiesel 98%.

## 2.5. Kalsium Oksida

Kalsium oksida merupakan oksida basa yang didapat dari batuan gamping sedikitnya 90% kalsium oksida, 5% magnesium oksida, dan terdapat pengotornya dalam jumlah sedikit seperti kalsium karbonat, silika, alumina, feri oksida. Ditinjau dari komposisinya, ada beberapa jenis gamping, gamping hidrolik dari pembakaran batu gamping yang mengandung lempung, gamping berkadar kalsium tinggi lebih dimanfaatkan dalam reaksi kimia, dan gamping dolomit yang biasanya 40% CaO dan 18% MgO (Sugiyarto, 2003).

Kalsit merupakan mineral utama pembentuk batu gamping, dengan unsur kimia pembentuknya terdiri dari kalsium (Ca) dan karbonat ( $\text{CO}_3$ ), mempunyai kristal heksagonal, tidak berwarna, dan transparan. Unsur kalsium dalam kalsit dapat tersubstitusi oleh unsur logam sebagai pengotor yang dalam persentase berat tertentu membentuk mineral lain. Dengan adanya substitusi ini, ada perubahan dalam penulisan rumus kimia yaitu  $\text{CaFe}(\text{CO}_3)_3$  (substitusi Ca oleh Fe),  $\text{CaMgCO}_3$  (substitusi Ca oleh Mg), dan  $\text{CaMnCO}_3$  (substitusi Ca oleh Mn) (Sugiyarto, 2003).

Pengolahan kalsit hanya bertujuan untuk memperoleh ukuran butir dan tingkat kadar  $\text{CaCO}_3$  sesuai dengan spesifikasi pasar. Pengolahan dapat dilakukan secara sederhana, yaitu dengan menghilangkan kotoran yang melekat. Kemudian dilakukan penghancuran dan di ayak sesuai dengan ukuran yang diinginkan. Untuk mendapatkan ukuran butir halus dipecahkan dengan hammer mill dan untuk mendapatkan ukuran yang sangat halus digunakan super mill. Produk kalsit hasil penambangan yang dapat dikonsumsi langsung oleh industri dikenal

dengan nama *heavy calcite*. Proses pengolahan yang lain adalah melalui proses kalsinasi terhadap batu gamping sebagai bahan baku. Produk dari proses ini merupakan kalsit dari jenis *light calcite*. Dalam proses kalsinasi, terlebih dahulu dilakukan reduksi ukuran terhadap batu kapur lalu dimasukkan ke dalam tungku dan dipanaskan sampai suhu diatas 900 °C yang menghasilkan kapur tohor atau mineral *lime* dan gas CO<sub>2</sub>. Apabila dilakukan penambahan air yang secukupnya terhadap *lime* dan penambahan *lime* kembali untuk mrngikat unsur Ca, maka akan diperoleh CaCO<sub>3</sub> dan air (Sugiyarto, 2006).

Nama lain dari mineral *lime* adalah kalsium oksida (CaO). CaO berbentuk padatan dengan titik leleh yang sangat tinggi bersifat unit. Jika nyala api diarahkan pada cetakan-cetakan kalsium oksida, cetakan ini menyala dengan warna putih terang. Gejala ini dikenal sebagai *thermoluminescence*. CaO memiliki massa relatif 56,08 g/mol, bersifat higroskopis, titik lelehnya 2600 °C, titik didihnya 2850 °C, tidak larut dalam HCl, struktur kristalnya oktahedral, dan luas permukaannya 0,56 m<sup>2</sup>/g. CaO biasanya digunakan pada industri mortal, industri pupuk, industri kertas, industri semen, pemutih, dan sebagai katalis heterogen (Sugiyarto, 2003).

Penggunaan CaO sebagai katalis heterogen telah dilakukan sejak dulu.

Pada tahun 1984, Paterson dan Scarrah melaporkan bahwa pada transesterifikasi minyak *rapeseed* menggunakan 28 jenis katalis heterogen yang terdiri atas MgO, CaO, ZnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, logam transisi, dan resin penukar ion. Hasil penelitian terbukti bahwa CaO sangat potensial sebagai katalis padatan untuk mentransesterifikasi trigliserida menjadi metil ester. Sejak itu, banyak

peneliti yang melaporkan penggunaan CaO sebagai katalis heterogen dalam pembuatan biodiesel. Tidak seperti banyak katalis padatan lainnya, CaO dipersiapkan dengan mudah dan efisien.

Pada transesterifikasi minyak bunga matahari, CaO diaktifkan pada temperatur 700 °C menghasilkan yield biodiesel sebesar 94% dengan pengaturan temperatur reaksi dilakukan pada 60 °C dan rasio mol minyak dengan metanol sebesar 1:13. Menariknya katalis bisa digunakan kembali delapan kali pemakaian dengan hasil yield biodiesel minimal 73% (Granados *et al.*, 2007). Kouzu *et al.*, (2009) menemukan katalis CaO yang dikalsinasi pada temperatur 900 °C selama 1,5 jam menjadi sangat aktif dalam mentransesterifikasi minyak kedelai untuk dijadikan biodiesel. Pada tahun sebelumnya Kouzu *et al.*, (2008) telah bereksperimen dengan CaO, Ca(OH)<sub>2</sub>, dan CaCO<sub>3</sub> sebagai katalis dalam pembuatan metil ester dari minyak kedelai. Reaksi dilakukan selama 1 jam pada temperatur refluks dengan metanol dan diperoleh hasil metil ester berturut-turut menggunakan katalis CaO sebesar 93%, katalis Ca(OH)<sub>2</sub> sebesar 12%, dan katalis CaCO<sub>3</sub> tidak ada produk metil ester yang terbentuk. Penelitian serupa juga dilakukan oleh Arzamendi *et al.*, (2008) menyatakan bahwa CaO memiliki reaktivitas jauh lebih tinggi daripada hidroksidanya. Selain itu, dari penelitian tersebut didapatkan kesimpulan bahwa CaO yang belum dikalsinasi memiliki aktivitas katalitik yang sama tinggi dengan CaO yang sudah dikalsinasi selama 12 jam pada temperatur 500 °C, akan tetapi membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama yaitu selama 10 jam. Kehadiran permukaan hidroksida basa pada CaO yang belum dikalsinasi akan meningkatkan laju reaksi.

Transesterifikasi minyak *rapeseed* dapat menggunakan  $\text{Ca}(\text{OCH}_3)_2$  yang diperoleh dari proses *pra-treatment* katalis  $\text{CaO}$  dengan metanol selama 1,5 jam.  $\text{Ca}(\text{OCH}_3)_2$  merupakan agen yang bertindak untuk memulai reaksi, didapatkan hasil reaksi berupa metil ester sekitar 90% dalam waktu reaksi 3 jam pada  $60\text{ }^\circ\text{C}$  (Kawashima, 2009). Transesterifikasi dengan  $\text{Ca}(\text{OCH}_3)_2$  sama dengan yang dilakukan oleh Liu *et al.*, (2008) menggunakan minyak kedelai menghasilkan yield biodiesel 98% dalam waktu reaksi 2 jam. Dalam penelitian terkait *reusability* didapatkan hasil bahwa katalis tersebut masih aktif setelah penggunaan kedupuluh kali.

Keberhasilan penggunaan katalis  $\text{CaO}$  pada transesterifikasi minyak kedelai dilaporkan oleh Liu *et al.*, (2008) yaitu dengan menambahkan sekitar 2% air dalam metanol, hasil biodiesel melebihi 95% dengan waktu reaksi selama 3 jam, rasio mol minyak dengan metanol sama dengan 1:12, dan penambahan katalis 8%. Penambahan sedikit air dalam metanol akan menghasilkan anion metoksida lebih dengan  $\text{CaO}$  yang akan mendorong reaksi cepat berlangsung. Dibandingkan dengan katalis konvensional seperti  $\text{NaOH}$  dan  $\text{KOH}$ , katalis  $\text{CaO}$  menghasilkan biodiesel jauh lebih tinggi sekitar 90% menggunakan minyak goreng bekas dengan kadar FFA sekitar 7%. Hal tersebut membuktikan bahwa katalis  $\text{CaO}$  sangat toleransi terhadap bahan baku minyak dengan FFA yang rendah (Lim *et al.*, 2009).

Pemanfaatan bahan limbah sebagai sumber  $\text{CaO}$  sebagai katalis heterogen saat ini berkembang pesat. Cangkang tiram dan kulit telur ayam telah diteliti sebagai katalis yang sangat efektif dalam mengkonversi minyak kedelai menjadi

metil ester. Nakatani *et al.*, (2009) menunjukkan bahwa dengan menggunakan 25% dari cangkang tiram yang telah diaktifkan secara termal pada 700 °C dan rasio mol minyak antara mol metanol sebesar 1:6 menghasilkan hasil biodiesel lebih dari 70%, kemurniannya 98% dicapai dalam waktu reaksi 5 jam. Dengan 3% kulit telur hasil kalsinasi pada 1000 °C. Wei *et al.*, (2009) mentransesterifikasi minyak kedelai menggunakan katalis limbah kulit telur menghasilkan yield biodiesel sebesar 95%, waktu reaksi selama 3 jam dengan ketentuan rasio mol minyak dengan metanol sebesar 1:9 dan temperatur reaksi 65 °C. Katalis limbah kulit telur mampu digunakan kembali hingga 13 kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya. Limbah cangkang kepiting bakau digunakan dalam mentransesterifikasi minyak kelapa sawit menghasilkan yield biodiesel sebesar 99% dengan berat katalis 5% serta pengaturan temperatur reaksi pada 65 °C, waktu reaksi 3 jam, dan rasio minyak dengan metanol sebesar 1:0,5 (Wei *et al.*, 2009).

Limbah *moluska* kerang dan kulit telur telah digunakan sebagai katalis heterogen untuk mentransesterifikasi minyak kelapa sawit menghasilkan biodiesel 90% dalam waktu reaksi 2 jam, kondisi rasio mol minyak dengan mol metanol sebesar 1:18, berat katalis 10% (b/v) yang dikalsinasi 800 °C selama 4 jam, dan pada temperatur reaksi 60 °C. Kulit telur menunjukkan aktivitas katalitik yang baik sesuai dengan luas permukaan dan kandungan Ca yang besar (Boey *et al.*, 2011).

Limbah tulang hewan dapat dijadikan sebagai katalis heterogen untuk sintesis biodiesel. Obadiah *et al.*, (2012) telah melakukan kalsinasi limbah tulang hewan pada 800 °C sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa

sawit, menghasilkan konversi metil ester 97% dengan kondisi reaksi pada 65 °C, berat katalis 20%, rasio mol minyak dan mol metanol sebesar 1:18, kecepatan pengadukan 200 rpm, dan dilakukan selama 4 jam.

Jazie *et al.*, (2013) telah mengkalsinasi limbah tulang kambing 900 °C selama 2 jam sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak kacang dan minyak *rapeseed*, diperoleh yield metil ester 94% untuk minyak kacang dan 96% untuk minyak *rapeseed*, dengan ketentuan rasio mol minyak dengan metanol sebesar 1:20, berat katalis 18%, dan temperatur reaksi 60 °C selama 4 jam. Limbah tulang sapi dikalsinasi pada 750 °C digunakan untuk mengkatalisis reaksi transesterifikasi antara minyak kedelai dan metanol menghasilkan metil ester 97% dengan kondisi reaksi dilakukan pada 65 °C selama 3 jam, berat katalis 8%, dan rasio mol minyak antara mol metanol sebesar 1:6 (Smith *et al.*, 2012).

Farooq dan Ramli (2015) menggunakan katalis heterogen dari limbah tulang ayam yang dikalsinasi pada 900 °C dalam reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas dan metanol, menunjukkan aktivitas katalitik yang baik dengan memberikan yield metil ester 89% pada temperatur reaksi transesterifikasi 65 °C selama 4 jam, berat katalis yang digunakan 5 gram, dan rasio mol minyak dengan mol metanol sebesar 1:15. Dalam penelitian tersebut menunjukkan bahwa katalis heterogen dari limbah tulang hewan dapat digunakan untuk sintesis biodiesel.

## **2.6. Limbah Tulang Ikan**

Limbah tulang ikan merupakan bagian dari tubuh ikan, selain daging yang tidak terpakai pada pengolahan hasil-hasil perikanan dan dianggap tidak dapat menghasilkan produk yang memiliki nilai tambah. Hasil samping tersebut salah

satunya adalah tulang ikan, tulang ikan tergolong kedalam jenis limbah yang bersifat organik jika tidak dimanfaatkan dan apabila dimanfaatkan lagi akan menghasilkan produk yang bernilai tambah.

Pada ikan-ikan yang diolah menjadi produk *loin*, akan menghasilkan hasil samping berupa tulang sekitar 15%, kepala sekitar 30%, sisa kulit dan sisik sekitar 10% (Wiratmaja 2006). Menurut Hadiwiyoto (1993), ikan tersusun atas tulang pokok pada ikan yang terdiri atas tulang punggung yang terdiri atas 56-200 ruas tulang yang saling dihubungkan dengan jaringan pengikat yang lentur yaitu kolagen.

Menurut Lehninger (1982), kolagen disusun oleh 20 jenis asam-asam amino yang mana asam amino *glisin* merupakan asam amino dengan persentasi terbesar yaitu berkisar 35%, kemudian diikuti dengan *alanin* berkisar 11%, selain itu terdapat asam amino *prolin* dan *4-hidroksiprolin* sekitar 21%. Schrieber dan Gareis (2007) menyatakan bahwa kedua asam amino *prolin* dan *4-hydroxiprolin* tersebut tidak di temukan pada jenis protein serat keratin. *Hydroxiprolin* merupakan salah satu asam amino pembatas dalam berbagai protein. Walaupun mengandung asam-asam amino lengkap, kolagen tidak memiliki asam amino triptofan.

Menurut Katili (2009), secara fisik kolagen terdiri atas benang-benang fibrial heliks yang saling berpilin erat membentuk suatu struktur yang disebut *tropokolagen*. Heliks kolagen yang berpilin menyebabkan kolagen bersifat elastis. Di antara fibril kolagen terdapat ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen antara heliks kolagen sangat sensitif jika terkena dengan larutan alkali atau asam, dimana asam

atau basa dapat memutuskan ikatan hidrogen sehingga heliks kolagen mengembang.

Kalsium didalam tulang tersebar diantara pool yang relatif tidak berubah. Pool yang cepat dapat berubah yang terlibat dalam kegiatan metabolisme kalsium kurang lebih 1% kalsium tulang. Komponen yang dapat berubah ini dapat dianggap sebagai cadangan yang menumpuk bila makanan mengandung cukup kalsium. Cadangan kalsium ini disimpan pada bagian ujung tulang panjang dalam bentuk kristal yang dinamakan trabekula dan dapat dimobilisasi untuk memenuhi kebutuhan yang meningkat pada masa pertumbuhan, kehamilan, dan menyusui. Kekurangan konsumsi kalsium untuk jangka panjang menyebabkan struktur tulang tidak sempurna (Winarno, 1997).

Limbah tulang ikan belum banyak dimanfaatkan untuk kebutuhan manusia, untuk itu perlu adanya kajian yang mempelajari agar limbah tulang ikan bisa dimanfaatkan kembali untuk kebutuhan manusia. Peningkatan kebutuhan manusia seiring dengan peningkatan nilai produksi industri perikanan dari tahun ke tahun menunjukkan nilai yang cukup tajam. Permintaan konsumen dunia terhadap hasil olahan ikan rata-rata naik 12% per tahun. Seiring dengan permintaanya, peningkatan volume produksi ini akan meningkatkan volume limbah hasil industri pengolahan ikan tersebut (Nurilmala, 2014).

Apatit adalah salah satu dari beberapa mineral yang diproduksi dan digunakan oleh sistem mikro lingkungan biologis. Apatit adalah sekelompok mineral fosfat yang terdiri dari hidroksiapatit, nama untuk konsentrasi tinggi  $\text{OH}^-$ . Hidroksiapatit adalah komponen utama email gigi dan mineral tulang. Hidroksiapatit juga merupakan sebuah bentuk yang relatif langka dari apatit

dikarenakan sebagian kelompok OH<sup>-</sup> tidak hadir dan banyak mengandung karbonat dan fosfat substitusi asam adalah komponen besar tulang material (Schubert dan Husing, 2000)

## **2.7. Karakterisasi Katalis**

Dalam penelitian ini, karakterisasi katalis dilakukan dengan tiga teknik analisis, yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD), *Surface Area Analyzer* (SAA), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

### **2.7.1. X-Ray Diffraction (XRD)**

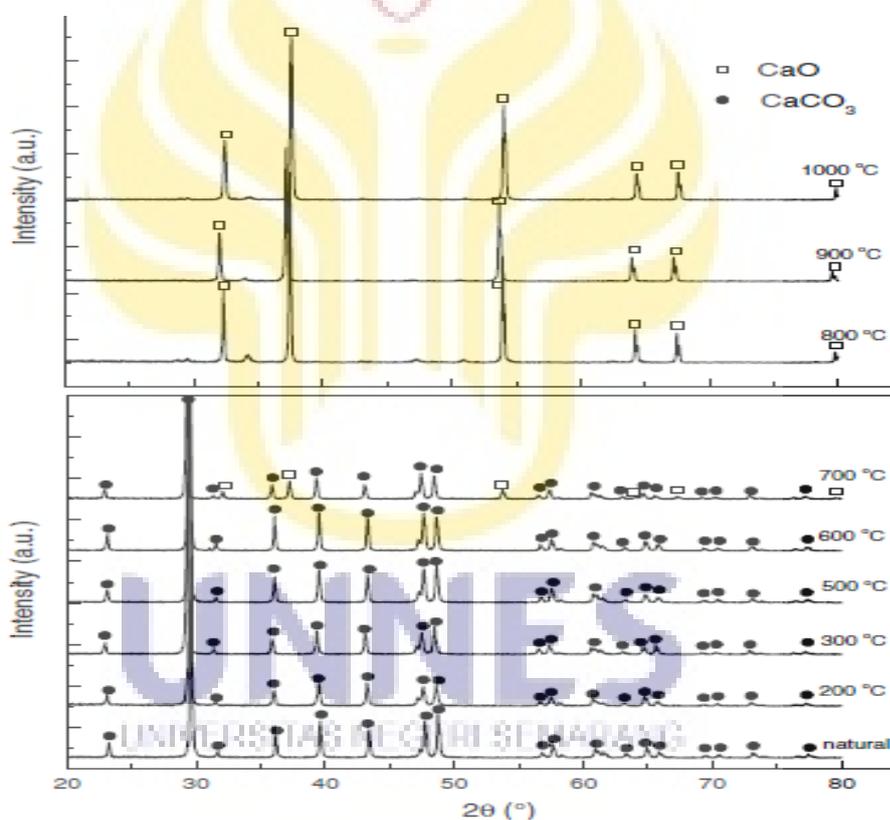
*X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak bidang kristal dan intensitas puncak difraksi sesuai data standar. Melalui XRD, diketahui pula dimensi kisi struktur mineral sehingga dapat ditentukan suatu material mempunyai kerapatan tinggi atau tidak (Cullity, 1987).

Prinsip dasar XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan terhamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif dan destruktif. Hamburan sinar yang berinterferensi inilah yang digunakan untuk analisis (Susito dan Tjipto, 2008).

XRD dapat dipakai untuk mengkarakterisasi suatu material yang digunakan sebagai katalis seperti CaO. Istiadi (2011) menjelaskan karakterisasi XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa mineral suatu katalis dan untuk menentukan kristalinitas dari suatu katalis. Dalam analisis XRD, kristal katalis

memantulkan sinar X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas *peak* yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi  $2\theta$ .

Karakterisasi menggunakan XRD memberikan hasil berupa data yang berupa intensitas (I) dan besar sudut ( $2\theta$ ). Intesitas menunjukkan kristalinitas cuplikan, sedangkan  $2\theta$  menyatakan besar sudut difraksi. Contoh difraktogram hasil analisis dengan XRD disajikan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Difraktogram Katalis Heterogen Hasil Kalsinasi Limbah Cangkang Kulit Telur Temperatur 200 °C sampai 1000 °C (Wei *et al.*, 2009)

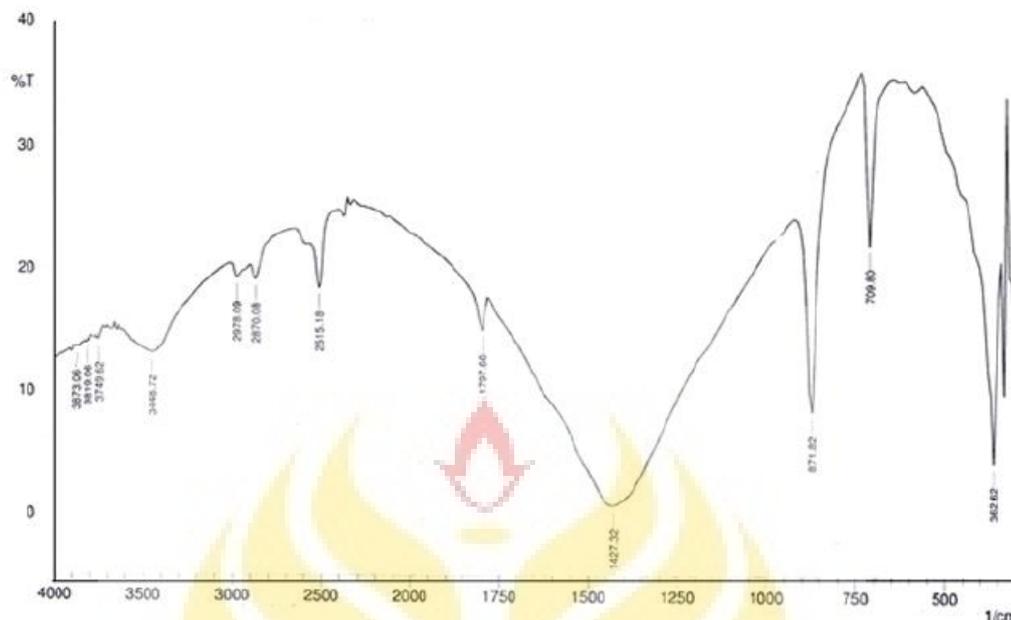
### 2.7.2. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

*Fourier Transform Infrared (FTIR)* merupakan spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Inti spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yaitu alat

untuk menganalisis frekuensi dalam sinyal gabungan. Spektrum inframerah tersebut dihasilkan dari pentransmisiian cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah yang diperoleh kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang ( $\mu\text{m}$ ) atau bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) (Anam *et al.*, 2007).

Pada instrumen FTIR, seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain maka molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila menyerap radiasi infra merah. Penyerapan radiasi infra merah merupakan proses kuantisasi dan hanya frekuensi tertentu dari radiasi infra merah yang akan diserap oleh molekul. Inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran bila molekul menyerap radiasi infra merah dan energi yang diserap menyebabkan kenaikan pada amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang karakteristik yang berlainan (Sastrohamidjojo, 1992).

Setiap molekul akan mempunyai spektrum infra merah yang karakteristik pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lainnya melalui posisi dan intensitas pita serapan, sehingga dapat digunakan untuk penjelasan struktur, identifikasi dan analisis kuantitatif. Contoh spektrum FTIR hasil kalsinasi *Achatina fulica* pada temperatur  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  disajikan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Spektrum FTIR Hasil Kalsinasi *Achatina fulica* Temperatur 700 °C (Lesbani *et al.*, 2013)

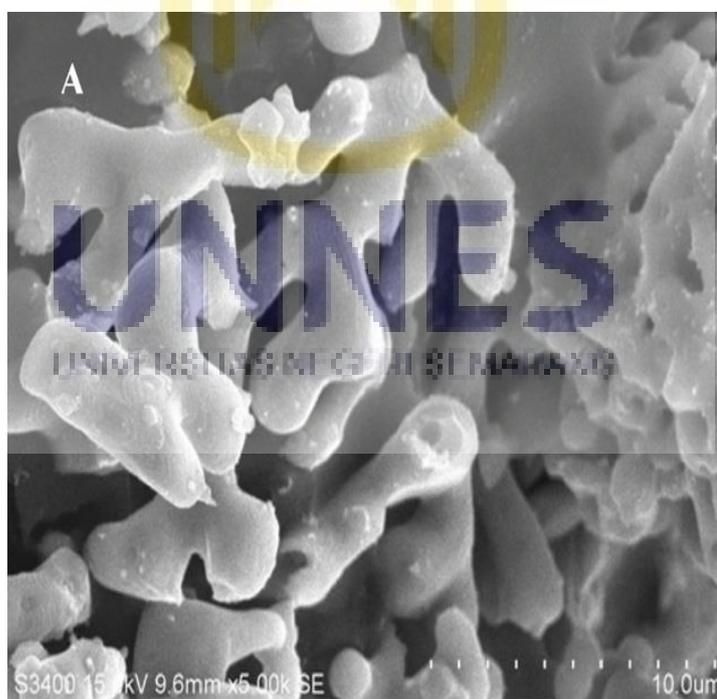
### 2.7.3. Scanning Scanning Electron Microscopy (SEM)

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk menentukan struktur permukaan dari sampel. Hasil gambar dari SEM hanya ditampilkan dalam warna hitam putih. SEM menerapkan prinsip difraksi elektron, pengukurannya sama seperti mikroskop optik. Prinsipnya adalah elektron yang ditembakkan akan dibelokkan oleh lensa elektromagnetik dalam SEM (Khemthong *et al.*, 2012).

SEM menggunakan suatu sumber elektron berupa pemacu electron sebagai pengganti sumber cahaya. Elektron ini akan diemisikan secara termionik yaitu emisi elektron dengan membutuhkan kalor sehingga dilakukan pada temperatur yang tinggi dari sumber elektron. Elektron yang dihasilkan adalah elektron berenergi tinggi, yang biasanya memiliki energi berkisar 20 KeV-200 KeV atau sampai 1 MeV. Dalam prinsip pengukuran ini dikenal dua jenis elektron, yaitu elektron primer dan elektron sekunder. Atom akan membebaskan elektron

sekunder setelah ditembakkan oleh elektron primer. Elektron sekunder inilah yang akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal gambar (Khemthong *et al.*, 2012).

Gambaran permukaan yang diperoleh dari pengukuran SEM merupakan gambaran topologi dengan semua tonjolan dan lekukan permukaan. Gambaran topologi ini diperoleh dari penangkapan elektron sekunder yang dipancarkan oleh sampel yang dilapisi konduktor sehingga berinteraksi dengan berkas elektron yang dapat memberi informasi mengenai struktur morfologi dan jenis unsur. Sinyal yang dihasilkan ditangkap oleh detektor kemudian direkam melalui monitor sehingga diperoleh gambaran topologi permukaan sampel. Gambar SEM yang diperoleh dari sampel katalis heterogen berbahan dasar cangkang kulit telur menggunakan SEM disajikan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Gambar SEM Katalis Heterogen Berbahan Limbah Cangkang Kulit Telur Hasil Kalsinasi 800 °C (Khemthong *et al.*, 2012)

#### 2.7.4. Surface Area Analyzer (SAA)

*Surface Area Analyzer* (SAA) digunakan untuk menentukan luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori suatu katalis. Suatu bahan padatan seperti katalis, memiliki luas permukaan yang dapat dibedakan menjadi luas permukaan eksternal atau makroskopik dan internal atau mikroskopik. Luas permukaan eksternal hanya meliputi permukaan luar bahan, sedangkan luas permukaan internal meliputi semua pori-pori kecil, celah, dan rongga pada padatan (Nurwijayadi, 1998).

Luas permukaan katalis ditentukan dengan metode BET yaitu adsorpsi dan desorpsi isothermis dari gas nitrogen yang diserap. Kuantitas gas yang diserap dapat dihitung dengan persamaan rumus (2.1).

$$\frac{1}{W\left[\left(\frac{P}{P_0}\right)-1\right]} = \frac{1}{W m C} + \left[ \frac{C-1}{W m C} \right] \frac{P}{P_0} \quad (2.1)$$

Keterangan: W = Berat gas yang diserap pada tekanan relatif P/P<sub>0</sub> (g)  
 W<sub>m</sub> = Berat gas nitrogen (adsorbed) pada lapis tunggal (g)  
 P = Tekanan kesetimbangan adsorpsi (atm)  
 P<sub>0</sub> = Tekanan uap jenuh adsorpsi (atm)  
 P/P<sub>0</sub> = Tekanan relatif adsorpsi  
 C = Konstanta energi

Persamaan BET di atas akan merupakan garis lurus apabila dibuat grafik 1/[W(P/P<sub>0</sub>-1)] *versus* P/P<sub>0</sub>. Selanjutnya untuk pengukuran luas permukaan dihitung berdasarkan pada persamaan rumus (2.2).

$$St = \frac{(W m C Ans)}{M} \quad (2.2)$$

Keterangan: St = luas permukaan total (m<sup>2</sup>)  
 W<sub>m</sub> = berat gas nitrogen (g)  
 M = berat molekul dari gas nitrogen (g/mol)  
 N = bilangan Avogadro (6,023 x 10<sup>23</sup> molekul/mol)  
 Acs = luas molekul *cross sectional* gas nitrogen (16,2 Å)

Pengukuran luas permukaan spesifik ditentukan menggunakan persamaan rumus (2.3).

$$S = \frac{St}{bc} \quad (2.3)$$

Keterangan: S = luas permukaan spesifik (m<sup>2</sup>/g)  
St = luas permukaan total (m<sup>2</sup>)  
bc = berat cuplikan (g)

Volume total pori adalah volume gas yang teradsorpsi pada tekanan jenuh, untuk menghitung volume total pori digunakan persamaan rumus (2.4).

$$Vp = \frac{Wa}{\rho} \quad (2.4)$$

Keterangan: Vp = volume total pori (cc)  
Wa = berat nitrogen yang teradsorpsi pada P/Po = 0,99 (g)  
ρ = densitas nitrogen pada 77 °K (g/cc)

Perhitungan ukuran pori dilakukan dengan asumsi bahwa geometri pori berbentuk silindris sehingga rata-rata jari-jari pori dihitung dari perbandingan volume total pori dan luas permukaan spesifik, dengan menggunakan persamaan rumus (2.5).

$$rp = \frac{2Vp}{s} \quad (2.5)$$

Keterangan: rp = rata-rata jari-jari pori (m) (Lowell and Shields, 1984)

## 2.8. Karakterisasi Biodiesel

Dalam penelitian ini, karakterisasi biodiesel dilakukan dengan dua teknik analisis, yaitu *Gas Chromatography* (GC) dan *Gas Chromatography Mass Spectrofotometer* (GC MS).

### 2.8.1. *Gas Chromatography* (GC)

*Gas Chromatography* (GC) digunakan untuk pemisahan, komponen-komponen yang akan dipisahkan didistribusikan antara dua fase, salah satunya

merupakan lapisan stasioner dengan permukaan yang luas dan fase yang lain berupa zat alir yang mengalir lambat menembus sepanjang lapisan stasioner itu. Fase stasioner dapat berupa zat padat atau cairan dan fase geraknya dapat berupa cairan atau gas (Underwood, 1989).

Pada instrumen GC, fase Bergeraknya adalah gas dan zat terlarut terpisah sebagai uap. Pemisahan tercapai dengan partisi sampel antara fase gas bergerak dan fase diam berupa cairan dengan titik didih tinggi yang terikat pada zat padat penunjangnya. Dasar pemisahan dengan metode GC adalah berdasarkan perbedaan koefisien partisi dari senyawa yang diuapkan antar fase cair dan fase gas yang dilewatkan dalam kolom dengan bantuan gas pembawa. Ketika senyawa meninggalkan kolom, senyawa akan melewati suatu detektor yang dihubungkan dengan suatu amplifier dan menuju alat pencatat (Khopkar, 2003).

Instrumentasi GC terdiri dari komponen-komponen penting, yaitu regulator tekanan, kolom kromatografi, penunjang stationer, fase stationer, detektor, dan pencatat sinyal. Waktu yang diperlukan oleh suatu komponen untuk mencapai detektor disebut waktu retensi (*retention time*,  $t_R$ ), sedangkan waktu yang diperlukan molekul fasa gerak untuk melewati kolom dinyatakan sebagai  $t_M$ . Jumlah puncak yang terdapat pada kromatogram menunjukkan jumlah komponen yang terdapat dalam cuplikan. Waktu retensi merupakan petunjuk kualitatif. Bila suatu komponen cuplikan mempunyai harga  $t_R$  yang sama dengan  $t_{RA}$  pada kondisi pengukuran yang sama pula maka komponen tersebut adalah A (Hendayana *et al.*, 1994).

Analisis kuantitatif dari metode ini dapat didasarkan pada luas puncak atau tinggi puncak. Penentuan luas puncak dapat dilakukan dengan mengalikan tinggi puncak dengan lebarnya pada setengah tinggi. Untuk puncak yang ramping atau tak melebar, maka tinggi puncak berbanding lurus dengan konsentrasinya. Kemampuan kolom untuk memisahkan dua komponen campuran disebut faktor selektivitas. Faktor ini berhubungan sekali dengan koefisien partisi kedua komponen. Faktor selektivitas ( $\alpha$ ) untuk dua komponen dinyatakan dalam persamaan rumus (2.7).

$$\alpha = \frac{K_B}{K_A} = \frac{(tR)_B - t_M}{(tR)_A - t_M} \quad (2.7)$$

(Hendayana *et al.*, 1994)

Ada beberapa kelebihan GC, diantaranya dapat menggunakan kolom lebih panjang untuk menghasilkan efisiensi pemisahan yang tinggi. Keseimbangan partisi antara gas dan cairan berlangsung cepat, sehingga analisis relatif cepat dan sensitivitasnya tinggi. Fase gas dibandingkan fase cair tidak bersifat reaktif terhadap fase diam dan zat-zat terlarut. Kelemahannya adalah teknik ini terbatas untuk zat yang mudah menguap (Hendayana *et al.*, 1994).

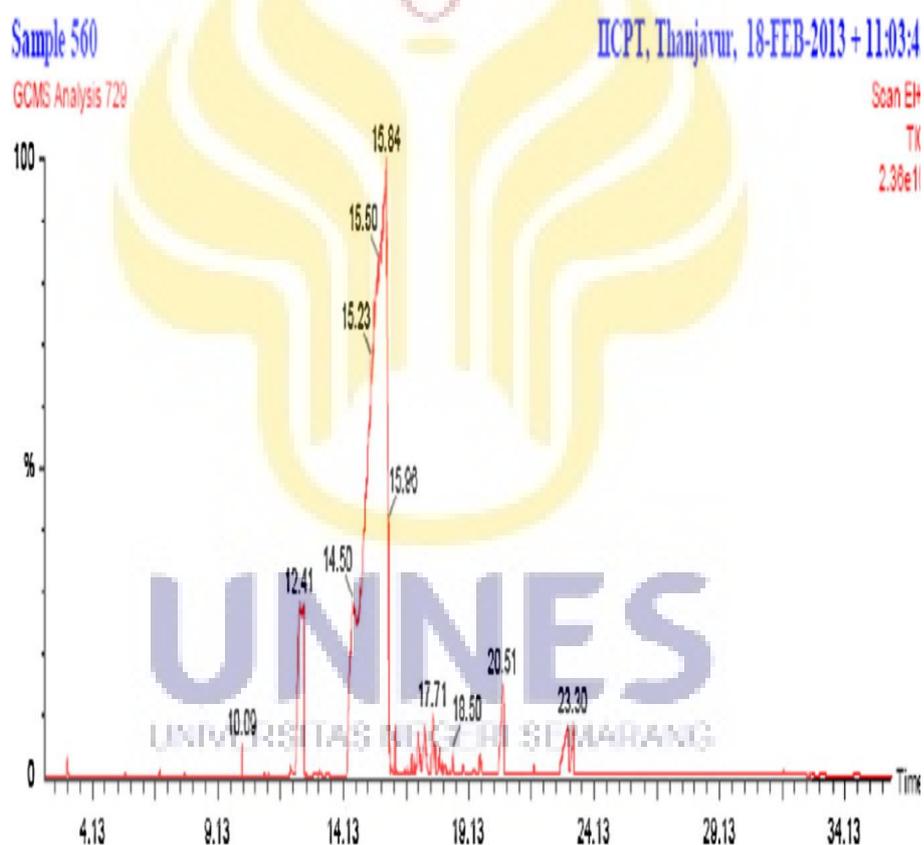
### **2.8.2. Gas Chromatography Mass Spectrofotometer (GC MS)**

*Gas Chromatography Mass Spectrofotometer* (GC MS) digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang berbeda dalam suatu analisis sampel. GC MS terdiri dari dua blok bangunan utama, yaitu kromatografi gas dan spektrometer massa. Kromatografi gas menggunakan kolom kapiler yang tergantung pada dimensi kolom itu meliputi panjang, diameter, dan ketebalan film, serta sifat fase, misalnya 5% fenil polisiloksan. Perbedaan sifat kimia antara molekul-molekul

yang berbeda dalam suatu campuran dipisahkan dari molekul dengan melewati sampel sepanjang kolom. Molekul tersebut memerlukan jumlah waktu yang berbeda untuk keluar dari kromatografi gas dan ini memungkinkan spektrometer massa untuk menangkap, ionisasi, mempercepat, membelokkan, dan mendeteksi molekul terionisasi secara terpisah. Spektrometer massa memecah masing-masing molekul menjadi terionisasi mendeteksi fragmen menggunakan massa untuk mengisi rasio. Kedua komponen digunakan bersama-sama untuk meningkatkan identifikasi substansi unit molekul yang digunakan secara terpisah menjadi lebih baik. Kadang-kadang dua molekul yang berbeda juga dapat memiliki pola yang sama fragmen terionisasi dalam spektrometer massa atau spektrum massa (Pecsok *et al.*, 1976).

Penggunaan GC MS sangatlah luas dalam kimia organik sejak 1960. Ada dua alasan utama penggunaan spektrometri massa, pertama telah ditemukan alat yang dapat mengkuapakan hampir semua senyawa organik dan mengionkan uap, kedua, fragmen bermuatan yang dihasilkan dari ion molekul dapat dihubungkan dengan struktur molekulnya. Spektrometer massa menembaki bahan yang sedang diteliti dengan berkas elektron dan serta kuantitatif mencatat hasilnya sebagai suatu spektrum fragmen ion positif. Terpisahannya fragmen ion positif didasarkan pada massanya. Spektrometer massa biasa diambil pada energi berkas elektron sebesar 70 elektron volt. Tercampaknya satu elektron dari molekul dalam fasa gas oleh sebuah elektron dalam berkas elektron dan membentuk suatu kation radikal (Pecsok *et al.*, 1976).

Dalam GC MS, reaksi pertama suatu molekul adalah ionisasi awal, pengambilan sebuah elektron. Hilangnya sebuah elektron menghasilkan ion molekul. Dari peak untuk radikal ion ini, yang biasanya adalah peak yang paling kanan dalam spektrum, bobot molekul senyawa itu dapat ditentukan. Contoh kromatogram GC MS dari metil ester yang dihasilkan dari minyak goreng bekas dengan metanol menggunakan katalis heterogen berasal dari limbah cangkang kerang putih yang dikalsinasi pada 900 °C disajikan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Kromatogram GC MS Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Metanol (Girish *et al.*, 2013)

## BAB 5

### PENUTUP

#### 5.1. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan uraian pembahasan yang diperoleh dari penelitian ini maka diperoleh simpulan sebagai berikut:

- a. Temperatur kalsinasi berpengaruh pada karakteristik katalis CaO hasil sintesis meliputi kristalinitas dan luas permukaan. Adapun temperatur kalsinasi yang optimal dalam penelitian ini adalah 900 °C menghasilkan katalis CaO berupa fase mineral *lime* dengan kristalinitas yang tinggi dan luas permukaan spesifik sebesar 43,8241 m<sup>2</sup>/g.
- b. Persentase jumlah katalis berpengaruh pada aktivitas katalitik CaO hasil optimasi terhadap reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas. Adapun persentase jumlah katalis yang optimal dalam penelitian ini adalah 4 % menghasilkan rendemen biodiesel 93% dengan komposisi biodiesel terdiri dari 16,25% metil palmitat, 50,12% metil linoleat, 29,29% metil elaidat, 0,53% metil linoleolat, 3,43% metil stearat, dan 0,38% metil linolenat.

## 5.2. Saran

Berdasarkan kajian aktivitas katalitik kalsium oksida hasil dekomposisi limbah tulang ikan terhadap reaksi transesterifikasi yang telah dilakukan, maka dapat diberikan saran sebagai berikut:

- a. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terkait pemakaian *muffle furnace* dengan temperatur tinggi diikuti keberadaan gas *inert* sehingga didapatkan struktur katalis dan sifat permukaan katalis yang lebih baik.
- b. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk membuktikan aktivitas katalitik dari katalis oksida logam alkali yang berbeda dan modifikasinya.
- c. Perlu dilakukan modifikasi alat reaksi transesterifikasi minyak goreng bekas dengan metanol menggunakan reaktor alir agar jumlah produk yang dihasilkan lebih banyak.
- d. Perlu dilakukan karakterisasi fisik lebih lanjut pada biodiesel hasil optimasi untuk membuktikan bahwa sifatnya telah sesuai dengan ketentuan SNI 04-7182-2006 dari Dirjen Migas.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abidin, Muhammad Zainal. 2008. *Identifikasi Fasa Intermetalik Paduan Logam Aluminium Silikon dengan Penambahan Unsur Fe*. Skripsi. Depok: Departemen Metalurgi dan Material FT Universitas Indonesia.
- Anam, C., Sirojudin, & Sofjan K. F. 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Jurnal Berkala Fisika* 10: 79-83.
- Arifin, Zaenal. 2008. Beberapa Unsur Mineral Esensial Mikro dalam Sistem Biologi dan Metode Analisisnya. *Jurnal Litbang Pertanian* 27(3): 99-105.
- Arita, Susila, Meta Berlian Dara, & Jaya Irawan. 2008. Pembuatan Metil Ester Asam Lemak dari CPO *Off Grade* dengan Metode Esterifikasi-Transesterifikasi. *Jurnal Teknik Kimia* 2: 15-24.
- Arzamendi, G., E. Arguinarena, Idoia Campo, Silvia Zabala, & Luis M. Gandia. 2008. Alkaline dan Alkaline Earth Metals Compounds as Catalysts for the Methanolysis of Sunflower Oil. *Journal Catalysis Today* 135: 305-313.
- Atkins, P.W. 1982. *Physical Chemistry* (2<sup>nd</sup> ed.). Oxford: Oxford University Press.
- Austin, T. George. 1984. *Shreve's Chemical Process Industries* (5<sup>th</sup> ed.). New York: McGraw-Hill Book Company.
- Boey, Peng-Lim, Gaanty Pragas Maniam, Shafida Abd Hamid, & Dafaalla Mohamed Hag Ali. 2011. Crab and Cockle Shells as Catalysts for the Preparation of Methyl Esters from Low Free Fatty Acid Chicken Fat. *Journal of the American Oil Chemists Society* 88: 283-288.
- Boro, Jutika, Lakhya Jyoti Konwar, & Dhanapati Deka. 2014. Transesterification of Non Edible Feedstock with Lithium Incorporated Egg Shell Derived CaO for Biodiesel Production. *Journal Fuel Processing Technology* 122: 72-78.
- Cho, Yung Bok, Gon Seo, & Duck Rae Chang. 2009. Transesterification of Tributyrin with Methanol over Calcium Oxide catalysts Prepared from Various Precursors. *Journal Fuel Processing Technology* 90: 1252-1258.
- Clements & Hanna. 1998. The Effect of Catalyst, Free Fatty Acid and Water on Transesterification of Beef Tallow. *Journal American Society of Agricultural Engineers* 41: 1261-1264.
- Cullity, B. D. 1987. *Element of X-Ray Diffraction* ( 2<sup>nd</sup> ed.). California: Addition-Wesley Publishing Company Inc.
- Farooq, Muhammad & Anita Ramli. 2015. Biodiesel Production from Low FFA Waste Cooking Oil Using Heterogeneous Catalyst Derived from Chicken Bones. *Journal Renewable Energy* 76: 362-368.
- Girish, Natarajan, Subramania Pillai Niju, Khadar Mohamed Meera Sheriffa Begum, & Narayanan Anantharaman. 2013. Utilization of a Cost Effective

- Solid Catalyst Derived from Natural White Bivalve Clam Shell for Transesterification of Waste Frying Oil. *Journal Fuel* 111: 653-658.
- Granados, M. Lopez, M.D. Zafra Poves, D. Martin Alonso, R. Mariscal, F. Cabello Galisteo, R. Moreno-Tost, J. Santamaria, & J.L.G. Fierro. 2007. Biodiesel from Sunflower Oil by Using Activated Calcium Oxide. *Journal Applied Catalysis B: Environmental* 73: 317-326.
- Habib, Zehra, Ramkumar Parthasarathy, & Subramanyam Gollahalli. 2010. Performance and Emission Characteristics of Biofuel in A Small Scale Gas Turbine Engine. *Journal Applied Energy* 87: 1701-1709.
- Hadiwiyoto, Suwedo. 1993. Teknologi Pengolahan Hasil Perikanan. Yogyakarta: Liberti.
- Hambali, E., S. Mujdalipah, A.H. Tambunan, A.W. Pattiwiri, & R. Hendroko. 2008. *Teknologi Bioenergi (2<sup>th</sup> ed.)*. Jakarta: Agromedia Pustaka.
- Hapsari, Yanuar Rita. 2010. *Konversi Jelantah menjadi Biodiesel dan Uji Unjuk Kerjanya*. Skripsi. Semarang: FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Hartuti, Nur & R.M. Sinaga. 1997. *Pengeringan Cabai*. Bandung: Balai Penelitian Tanaman Sayuran.
- Hendayana, Sumar, Asep Kadarohman, A.A. Sumarna, & Asep Supriatna. 1994. *Kimia Analitik Instrumen (1<sup>th</sup> ed.)*. Semarang: IKIP Press.
- Hu, Shengyang, Yun Wang, & Heyou Han. 2011. Utilization of Waste Freshwater Mussel Shell as an Economic Catalyst for Biodiesel Production. *Journal Biomass and Bioenergy* 35: 3627-3635.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi Fundamental dan Aplikasi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Jazie, Ali A., H. Pramanik, & A.S.K. Sinha. 2013. Transesterification of Peanut and Rapeseed Oils Using Waste of Animal Bone as Cost Effective Catalyst. *Journal Mater Renew Sustain Energy* 2: 11.
- Katili, A.S. 2009. *Struktur dan Fungsi Protein Kolagen*. Jurnal Pelangi Ilmu. Gorontalo: Universitas Negeri Gorontalo.
- Kawashima, Ayato, Koh Matsubara, & Katsuhisa Honda. 2009. Acceleration of Catalytic Activity of Calcium Oxide for Biodiesel Production. *Journal Bioresource Technology* 100: 696-700.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak Dan Lemak Pangan*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Khemthong, P., C. Luadthong, W. Nualpaeng, P. Changsuwan, P. Tongprem, N. Viriya-empikul, & K. Fungnawakij. 2012. Industrial Eggshell Wastes as the Heterogeneous Catalysts for Microwave-Assisted Biodiesel Production. *Journal Catalysis Today* 190: 112-116.
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.

- Kim, Se-Kwon & Eresha Mendis. 2005. Bioactive Compounds from Marine Processing by Products – A Review. *Journal Research International* 39: 383-393.
- Knothe, G., J.H. Van Gerpen, & J. Krahl. 2005. *The Biodiesel Handbook (3<sup>th</sup> ed.)*. Illinois: Champaign AOCS Press.
- Kouzu, M., Hidaka J., Komichi Y., Nakano H., & Yamamoto M. 2012. A Process to Transesterify Vegetable Oil with Methanol in The Presence of Quick Lime Bit Functioning as Solid Base Catalyst. *Juornal Fuel* 88: 1983-1990.
- Kouzu, M., T. Kazuno, M. Tajika, Y. Sugimoto, S. Yamanaka, & J. Hidaka. 2008. Calcium Oxide as a Solid Base Catalyst for Transesterification of Soybean Oil and its Application to Biodiesel Production. *Journal Fuel* , 87: 2798-2806.
- Kouzu, Masato, Shin-ya Yamanaka, Jyu-suke Hidaka, & Michito Tsunomori. 2009. Heterogeneous Catalysis of Calcium Oxide Used for Transesterification of Soybean Oil with Refluxing Methanol. *Journal Applied Catalysis A: General* 355:94-99.
- Lee, Hwei Voon, Joon Ching Juan, Nurul Fitriyah Binti Abdullah, Rabiah Nizah M.F., & Yun Hin-Yap. 2014. Heterogeneous Base Catalysts for Edible Palm and Non-Edible Jatropha-Based Biodiesel Production. *Chemistry Central Journal* 80: 1-9.
- Lehninger, A.L. 1982. *Dasar-Dasar Biokimia (1<sup>st</sup> ed.)*. Translated by Thenawijaya M. 1997. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Lesbani, Aldes, Palita Tamba, Risfidian Mohadi, dan Fahmariyanti. 2013. Preparation of Calcium Oxide from Achatina Fulica as Catalyst for Production of Biodiesel from Waste Cooking Oil. *Indo. J. Chem* 13(2): 176-180.
- Lesbani, Aldes, Yosine Susi, Marieska Verawaty, & Risfidian Mohadi. 2015. Calcium Oxide Decomposed from Chicken's dan Goat's Bones as Catalyst for Converting Discarded Cooking Oil to be Biodiesel. *Aceh International Journal of Science and Technology* 4: 7-13.
- Lestari, Mastuti Widi, Subiyanto Hadi Saputro, & Sri Wahyuni. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO<sub>2</sub> yang Diaplikasikan pada Proses Degradasi Limbah Fenol. *Indonesian Journal of Chemical Science* 2: 154-159.
- Lim, H.N., M.A. Yarmo, N.M. Huang, P.S. Khiew, & W.S. Chiu. 2009. Sythesis Characterization and Catalytic Performance of Porous Nafion Resin/Silica Nanocomposites for Esterification of Lauric Acid and Methanol. *Journal of Physical Science* Vol 20: 23–36.
- Liu, X., He H., Wang Y., & Zhu S. Piao X. 2008. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using CaO as A Solid Base Catalyst. *Journal Fuel* 87: 16-21.

- Lowell, S. & J.E. Shields. 1984. *Powder Surface and Porosity* (2<sup>nd</sup> ed.). New York: Chapman & Hall Ltd.
- Madhu, Devarapaga, Bhaskar Singh, & Yogesh C. Sharma. 2014. Studies on Application of Fish Waste for Synthesis of High Quality Biodiesel. *Journal Royal Society of Chemistry* 4: 31462-31468.
- Mahreni & Endang Sulistyawati. 2011. Pemanfaatan Kulit Telur sebagai Katalis Biodiesel dari Minyak Sawit dan Metanol. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. Semarang: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Mahreni. 2010. Peluang dan Tantangan Komersialisasi Biodiesel Review. *Prosiding 3<sup>rd</sup> Eksergi Forum*. Yogyakarta: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Universitas Pembangunan Nasional Veteran.
- Mittelbach, M. & C. Remschmidt. 2006. *Biodiesel The Comprehensive Handbook* (3<sup>rd</sup> ed.). Austria: Martin Mittelbach Publisher Am Blumehang.
- Mittelbach, M. & Remschmidt. 2004. *Biodiesel: The Comprehensive Handbook* (2<sup>nd</sup> ed.). Austria: Graz.
- Nakatani, Nobutake, Hitoshi Takamori, Kazuhiko Takeda, & Hiroshi Sakugawa. 2009. Transesterification of Soybean Oil Using Combusted Oyster Shell Waste as A Catalyst. *Journal Bioresource Technology* 100: 1510-1513.
- Narasimharao, K., Adam Lee, & Karen Wilson. 2007. Catalysts in Production of Biodiesel: A Review. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy* 1: 1-12.
- Ngamcharussrivichai, Chawalit, Pramwit Nunthasanti, Sithikorn Tanachai, & Kunchana Bunyakiat. 2010. Biodiesel Production Through Transesterification over Natural Calciums. *Journal Fuel Processing Technology* 91: 1409-1415.
- Nufida, Baiq Asma, Nova Kurnia, & Yeti Kurniasih. 2014. Aktivasi Tanah Liat dari Tanak Awu secara Asam dan Penggunaannya sebagai Adsorben untuk Pemurnian Minyak Goreng Bekas. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*. Surabaya: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya.
- Nurilmala, M. 2014. *Kajian Potensi limbah Tulang Ikan Keras (Teleostei) sebagai Sumber Gelatin dan Analisis Karakteristiknya*. Tesis. Bogor: Departemen Teknologi Hasil Perikanan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor.
- Nurilmala, Mala, Mita Wahyuni, & Heidi Wiratmaja. 2006. Perbaikan Nilai Tambah Limbah Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) menjadi Gelatin serta Analisis Fisika-Kimia. *Buletin Teknologi Hasil Perikanan* 9: 22-33.
- Nurwijayadi. 1998. *Petunjuk Praktikum Metalurgi Bahan Bakar Nuklir Pengukuran Luas Muka*. Yogyakarta: Pusat Pendidikan dan Latihan Badan Tenaga Atom Nasional.

- Obadiah, A., R. Kannan, P. Ravichandran, A. Ramasubbu, & S. Vasanth Kumar. 2012. Nano Hydrotalcite as A Novel Catalyst for Biodiesel Conversion. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructure* 7: 321-327.
- Ofori-Boateng, C., & K.T. Lee. 2013. The Potential of Using Cocoa Pod Husks as Green Solid Base Catalysts for The Transesterification of Soybean Oil Into Biodiesel: Effects of Biodiesel on Engine Performance. *Journal Chemical Engineering* 220: 395-401.
- Pecsok, Robert L., L. Donald Shields, Thomas Cairns, & Ian G. McWilliam. 1976. *Modern Methods of Chemical Analysis* (2<sup>nd</sup> ed.). New York: John Wiley & Sons Inc.
- Piliang, W.G. 2011. *Nutrisi Mineral* (4<sup>th</sup> ed.). Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Purwaningsih, Eka, Supartono, & Harjono. 2012. Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa dengan Metanol Menggunakan Katalis Bentonit. *Indonesian Journal of Chemical Science* 2: 134-139.
- Rilian, Muhammad. 2009. *Transformasi Minyak Jarak Menjadi Senyawa Metil Ester Menggunakan Katalis Padatan Asam Dan Basa Dengan Reaktor Fixed Bed Distilasi Reaktif*. Skripsi. Depok: FMIPA Universitas Indonesia.
- Ruiz, Miguel Galvan, Juan Hernandez, Leticia Banos, Joaquin Noriega Montes, & Mario E. Rodriguez Garcia. 2009. Characterization of Calcium Carbonate, Calcium Oxide, and Calcium Hydroxide as Starting Point to the Improvement of Lime for Their Use in Construction. *Journal of Materials in Civil Engineering* 21: 694-698.
- Santosa, Nurwachid Budi. 2010. *Buku Ajar Dinamika Kimia*. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Sastroamidjojo, Hardjono. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada.
- Schrieber, R., & H. Gareis. 2007. *Gelatine Handbook*. Weinheim: Wiley-VCH Gmbh Co.
- Schubert, Ulrich & Sicola Husing. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Germany: Wiley-VCH.
- Setiowati, E., & F. Edwar. 2014. Teknologi Pengolahan Biodiesel Dari Minyak Goreng Bekas dengan Teknik Mikrofiltrasi dan Transesterifikasi sebagai Alternatif Bahan Bakar Mesin Diesel. *Jurnal Riset Industri* 6: 117-127.
- Singh, A., B. He, J. Thompson, & J. Van Gerpen. 2006. Process Optimization of Biodiesel Production Using Different Alkaline Catalyst. *Journal Applied Engineering in Agriculture* 22: 597-600.
- Sirisomboonchai, Suchada, Maidinamu Abuduwayiti, Guaqing Guan, Chanatip Samart, Shawket Abliz, Xiaogang Hao, Katsuki Kusakabe, & Abuliti Abudula. 2015. Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Using Calcined Scallop Shell as Catalyst. *Journal Energy Conversion and Management* 95: 242-247.

- Smith, J.E., R.D. Waters, & J.J. Weimer. 1994. An Investigation of The Activity of Coprecipitated Gold Catalysts for Methane Oxidation. *Journal Catalysis Letters* 30: 181-188.
- Smith, K.A., A.R. Mosier, P.J. Crutzen, & W. Winiwarter. 2012. The Role of N<sub>2</sub>O Derived from Crop-based Biofuels and from Agriculture in General in Earth's Climate. *Journal Philosophical Transactions Biological Sciences* 367: 1169-1174.
- Solechan & Saifudin Alie Anwar. 2014. Karakterisasi *Scaffold Bovine Hydroxyapatite* dari Tulang Sapi Limbah Bakso Balungan untuk Aplikasi Implan Tulang Mandibula Menggunakan Metode Kalsinasi. *Prosiding SNATIF Ke-1*. Kudus: Fakultas Teknik Universitas Muria Kudus.
- Standar Nasional Indonesia. 2006. *SNI 04-7182-2006 Biodiesel*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- Sugiyarto, Kristian H. 2003. *Kimia Anorganik II*. Yogyakarta: Jurusan Kimia FPMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Supeno, Minto & Seri Bima Sembiring. 2007. *Bentonit Alam Terpillar sebagai Material Katalis/ Co-Katalis Pembuatan Gas Hidrogen dan Oksigen dari Air*. Disertasi. Medan: Sekolah Pascasarjana Universitas Sumatera Utara.
- Susito, L.R.M., & Tjipto Sujitno. 2008. Analisa Struktur Kristal Lapisan Tipis Aluminium pada Substrat Kaca Menggunakan XRD. *Prosiding Pertemuan dan Persentasi Ilmiah Teknologi Akselerator dan Aplikasinya*. BATAN: Pusat Teknologi Akselerator dan Aplikasinya. BATAN: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan.
- Svehla, G. 1979. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Translated by Setiono & Hadyana Pudjaatmaka. 1985. Jakarta: Penerbit PT. Kalman Media Pustaka.
- Tuti, I.S., Adhitya S.W., & Ani K.S. 2011. Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Jurnal Fakultas Teknik*. Palembang: Universitas Sriwijaya.
- Underwood, A. L., & Jr. R. A. Day. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Van Gerpen, J., B. Shanks, R. Pruszko, D. Clements, & G. Knothe. 2004. *Biodiesel Production Technology*. United State of America: National Renewable Energi Laboratory.
- Viriya-empikul, N., P. Krasae, W. Nualpaeng, B. Yoosuk, & K. Faungnawakij. 2012. Biodiesel Production over Ca-based Solid Catalysts Derived from Industrial Wastes. *Journal Fuel* 92: 239-244.
- Vuljicic, Dj., D. Comic, A. Zarubica, R. Micic, & G. Boskovic. 2010. Kinetics of Biodiesel Synthesis from Sunflower Oil over CaO Heterogeneous Catalyst. *Journal Fuel* 89: 2054-2061.

- Wahab, Abd. Wahid, Syamsir Dewang, Bidayatul Armynah, & Kusdiyanty Ponganan. 2011. Analisis Spektrum Infra Merah dari Minyak Goreng Kelapa Untuk Identifikasi Perubahan Panjang Gelombang Akibat Variasi Temperatur. *Makalah Seminar Nasional Unjani*. Ujung Pandang: Universitas Hasanuddin.
- Wei, Z., Xu C., & Liu B. 2009. Application of Waste Eggshell as Low-Cost Solid Base Catalyst for Biodiesel Production. *Journal Bioresouce Technology* 100: 6362-6368.
- Wendi, Valentinoh Cuaca, & Taslim. 2015. Pengaruh Suhu Reaksi dan Jumlah Katalis pada Pembuatan Biodiesel dari Limbah Lemak Sapi dengan Menggunakan Katalis Heterogen CaO dari Kulit Telur Ayam. *Jurnal Teknik Kimia* 4: 35-41.
- Widyawati, Y. 2007. *Desain Proses Dua Tahap Esterifikasi-Transesterifikasi (Estrans) pada Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Jarak Pagar (Jatropha curcas L.)*. Tesis. Bogor: Program Pasca Sarjana Institut Pertanian Bogor.
- Winarno, F.G. 1997. *Kimia Pangan dan Gizi*. PT Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Wiratmaja, H. 2006. *Perbaikan Nilai Tambah Limbah Tulang Ikan Tuna (Thunnus sp) menjadi Gelatin serta Analisis Sifat Fisika-Kimia*. Skripsi. Bogor: Departemen Teknologi Hasil Perikanan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor.
- Xue, Jinlin, Tony E. Grift, & Alan C. Hansen. 2011. Effect of Biodiesel on Engine Performances and Emissions. *Journal Renewable and Sustainable Energy Reviews* 15: 1098-1116.
- Yulianti, C.H, R. Ediati, D. Hartanto, T.E. Purbaningtiyas, Y. Chisaki, A.A. Jalil, C.K.N.L.C.K. Hitam, & D. Prasetyoko. 2014. Synthesis of CaO/ZnO Nanoparticles Catalyst and Its Application in Transesterification of Refined Palm Oil. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis* 9: 100-110.
- Yustinah & Hartini. 2011. Adsorpsi Minyak Goreng Bekas Menggunakan Arang Aktif dari Sabut Kelapa. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Zabeti, Masoud, Wan Mohd Ashri Wan Daud, & Mohamed Kheireddine Aroua. 2009. Activity of Solid Catalyst for Biodiesel Production: A Review. *Journal Fuel Processing Technology* 90: 770-777.