



**SINTESIS KALSIMUM ALUMINAT (CaAl_2O_4) DENGAN
VARIASI ASAM SITRAT DAN SUHU KALSINASI
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL
SEBAGAI KATALIS BIODIESEL**

SKRIPSI

Oleh
Siti Zulaicha
NIM 141810301021

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**SINTESIS KALSIMUM ALUMINAT (CaAl_2O_4) DENGAN
VARIASI ASAM SITRAT DAN SUHU KALSINASI
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL
SEBAGAI KATALIS BIODIESEL**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh
Siti Zulaicha
NIM 141810301021

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Alm. M. Yusuf dan Ibunda Dewi Masudah yang tiada henti memberikan do'a, dukungan, nasehat, dan pengorbanan agar tetap semangat berjuang demi masa depan;
2. Kakak-kakakku Atok Illah dan Lely Fatimah, adikku Syahrul Alam, dan Ibu mertua Sugi Hartatik yang selalu memberikan bantuan, semangat, dan do'a yang terbaik;
3. Pendamping hidup Marga Romadhona yang ikut berjuang, berkorban, selalu memberikan motivasi, dukungan, do'a, dan berbagi ilmu;
4. Bapak dan Ibu Guru TK Karang Taruna, SDN 2 Krapyakrejo, SMPN 2 Pasuruan, SMAN 2 Pasuruan, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah mendidik dan memberikan ilmu yang bermanfaat dengan ikhlas dan penuh kesabaran dan kasih sayang;
5. Almamater Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTO

“Dan jika Allah menimpakan suatu bencana kepadamu, maka tidak ada yang dapat menghilangkannya kecuali Dia. Dan jika Allah menghendaki kebaikan bagi kamu, maka tidak ada yang dapat menolak karunia-Nya. Dia memberikan kebaikan kepada siapa saja yang Dia kehendaki di antara hamba-hamba-Nya. Dia Maha Pengampun, Maha Penyayang”
(Terjemahan Surat *Yunus* ayat 107)^{*)}

“Wahai orang-orang yang beriman! Bersabarlah kamu dan kuatkanlah kesabaranmu dan tetaplah bersiap siaga (di perbatasan negerimu) dan bertakwalah kepada Allah agar kamu beruntung”
(Terjemahan Surat *Ali- ‘Imran* ayat 200)^{*)}

“Setiap kebaikan adalah sedekah”
(HR. Bukhari)^{**)}

^{*)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2008. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: Cv. Diponegoro.

^{**)} HR. Bukhori, no 6021. Diriwayatkan pula oleh Muslim, no. 1005 dari Hadits Hudzaifah Radhiyallahu anhu. H. Syaikh ‘Abdullah bin Shalih Al-Fauzan. 1432 H. *Minhah Al- ‘Allam fi Syarh Bulugh Al-Maram*. Mesir: Dar Ibnu Jauzi.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Siti Zulaicha

NIM : 141810301021

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Asam Sitrat dan Suhu Kalsinasi menggunakan Metode Sol-Gel sebagai Katalis Biodiesel” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini Saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, November 2019

Yang menyatakan,

Siti Zulaicha

NIM 141810301021

SKRIPSI

**SINTESIS KALSIUM ALUMINAT (CaAl_2O_4) DENGAN
VARIASI ASAM SITRAT DAN SUHU KALSINASI
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL
SEBAGAI KATALIS BIODIESEL**

Oleh

Siti Zulaicha
NIM 141810301021

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Novita Andarini, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Asam Sitrat dan Suhu Kalsinasi menggunakan Metode Sol-Gel sebagai Katalis Biodiesel” karya Siti Zulaicha Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

Novita Andarini, S.Si., M.Si.

NIP. 197501191998021001

NIP. 197211122000032001

Anggota II,

Anggota III,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.

Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.

NIP. 197107031997021001

NIP. 196605291993031003

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.

NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Asam Sitrat dan Suhu Kalsinasi menggunakan Metode Sol-Gel sebagai Katalis Biodiesel; Siti Zulaicha, 141810301021; 2019:62 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Konsumsi energi terbarukan penduduk Indonesia pada tahun 2016 sangat rendah yaitu 1,46 % dari 175 MTOE (*Million Tonnes Oil Equivalent*). Pemerintah berupaya meningkatkan produksi energi baru dan terbarukan (EBT), salah satunya adalah biodiesel. Biodiesel pada umumnya diproduksi melalui reaksi transesterifikasi antara trigliserida (minyak) dengan alkohol (etanol atau metanol) menghasilkan suatu metil atau etil ester dengan bantuan katalis. Penelitian saat ini banyak mengembangkan katalis alkali padat berpenyangga alumina sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel seperti katalis kalsium-alumina. Sintesis katalis kalsium aluminat (CaAl_2O_4) dapat dilakukan dengan beberapa metode, salah satunya adalah metode sol-gel karena dapat berlangsung pada suhu yang lebih rendah, prosesnya sederhana, dan mempunyai homogenitas yang tinggi. Sintesis kalsium aluminat dengan metode sol-gel yang berlangsung pada suhu kalsinasi 1000 °C menghasilkan CaAl_2O_4 fasa rhombik dan monoklinik dengan perbandingan stoikiometri material awal $\text{Ca}^{2+} : \text{Al}^{3+} : \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (asam sitrat) = 1 : 2 : 3 mol. Oleh karena itu, penggunaan variasi jumlah mol asam sitrat diharapkan memberikan pengaruh terhadap pembentukan fasa katalis CaAl_2O_4 sehingga kalsinasi dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah.

Kalsium aluminat (CaAl_2O_4) disintesis menggunakan metode sol-gel dari material awal yaitu aluminium nitrat nonahidrat, kalsium nitrat tetrahidrat, dan asam sitrat monohidrat yang dilarutkan dengan akuades. Larutan ini membentuk sol selama proses pengadukan menggunakan stirer dan terbentuk gel setelah sol dipanaskan hingga suhu 85 °C. Gel dikeringkan pada suhu 130 °C hingga terbentuk xerogel dengan perbedaan warna yang semakin gelap untuk setiap jumlah mol asam sitrat yang berbeda.

Hasil kalsinasi pada suhu 700 °C dan 800 °C untuk perbandingan (Ca^{2+} dan Al^{3+}) : asam sitrat = 1:1 mol dihasilkan serbuk kehitaman, sedangkan pada perbandingan 1:2 dan 1:3 mol menghasilkan serbuk putih. Kalsinasi pada suhu 900 °C menghasilkan serbuk putih pada semua perbandingan mol asam sitrat. Serbuk CaAl_2O_4 yang berwarna putih dilakukan analisa XRD untuk mengetahui fasa CaAl_2O_4 yang terbentuk, sedangkan serbuk yang berwarna kehitaman tidak dilakukan karakterisasi. Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 pada suhu kalsinasi 700 dan 800 °C menunjukkan puncak melebar yang berarti bahwa senyawa yang terbentuk memiliki kristalinitas rendah. Material hasil sintesis dengan jumlah mol asam sitrat yang semakin besar dan suhu kalsinasi yang semakin tinggi menunjukkan karakter kristal semakin jelas.

CaAl_2O_4 yang dikalsinasi pada suhu 900 °C menunjukkan fasa kristal telah terbentuk dengan adanya puncak dengan intensitas tertinggi pada sudut $2\theta = 30,06^\circ$; $29,99^\circ$; dan $30,21^\circ$ secara berurutan untuk perbandingan 1:1; 1:2; dan 1:3 mol yang sesuai dengan standar CaAl_2O_4 ICSD 159925. Puncak yang terbentuk diidentifikasi senyawanya dengan mengolah lebih lanjut data XRD melalui program *FindIt* dan *Match!* sehingga dapat diketahui pengotor yang terbentuk yaitu CaO , Al_2O_3 , $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ (Mayenit) dan $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (Tri-kalsium dialuminat). Semakin besar jumlah mol asam sitrat, % pengotornya semakin rendah dan % senyawa targetnya semakin tinggi. Serbuk CaAl_2O_4 dengan perbandingan 1:3 mol (asam sitrat 3 mol) digunakan sebagai katalis biodiesel dalam reaksi transesterifikasi karena memiliki % fasa CaAl_2O_4 paling besar yaitu 63,1%. Aktivitas CaAl_2O_4 sebagai katalis biodiesel diketahui dari rendemen hasil reaksi transesterifikasi yang dilakukan analisa GC-MS untuk menentukan konversinya dan dibandingkan dengan katalis NaOH. Konversi metil ester sebagai aktivitas katalis CaAl_2O_4 sebesar 33,78%, sedangkan dengan katalis NaOH sebesar 80,05%.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) dengan Variasi Asam Sitrat dan Suhu Kalsinasi menggunakan Metode Sol-Gel sebagai Katalis Biodiesel”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan dan pengarahan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Novita Andarini, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah membimbing dengan penuh kesabaran dan keikhlasan, serta meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran dalam penyusunan skripsi ini;
4. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji Utama dan Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Penguji Anggota, serta Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji Utama sebelumnya yang telah meluangkan waktunya guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Dr. D. Setyawan P. H., S.Si., M.Si., dan Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan nasehat dan arahan bagi penulis selama menjadi mahasiswa;
6. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan yang bermanfaat dengan sabar dan ikhlas;
7. Kepala Laboratorium dan Teknisi Laboratorium Kimia Anorganik, Kimia Fisik, Kimia Analitik, Kimia Organik, dan Biokimia, serta Admin Jurusan

Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;

8. Hanifa Hanun sebagai *partner* penelitian yang telah bekerja sama dalam terselesaikannya skripsi ini;
9. Anisa, Pipit, Kiky, dan teman-teman MAJESTY angkatan 2014 yang telah berjuang bersama, berbagi suka dan duka, serta berbagi kenangan yang tak terlupakan;
10. HIMAKI “ZIRKONIUM” Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah menjadi tempat menimba ilmu selain di perkuliahan;
11. Semua pihak yang terlibat, namun tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang kimia.

Jember, November 2019

Penulis

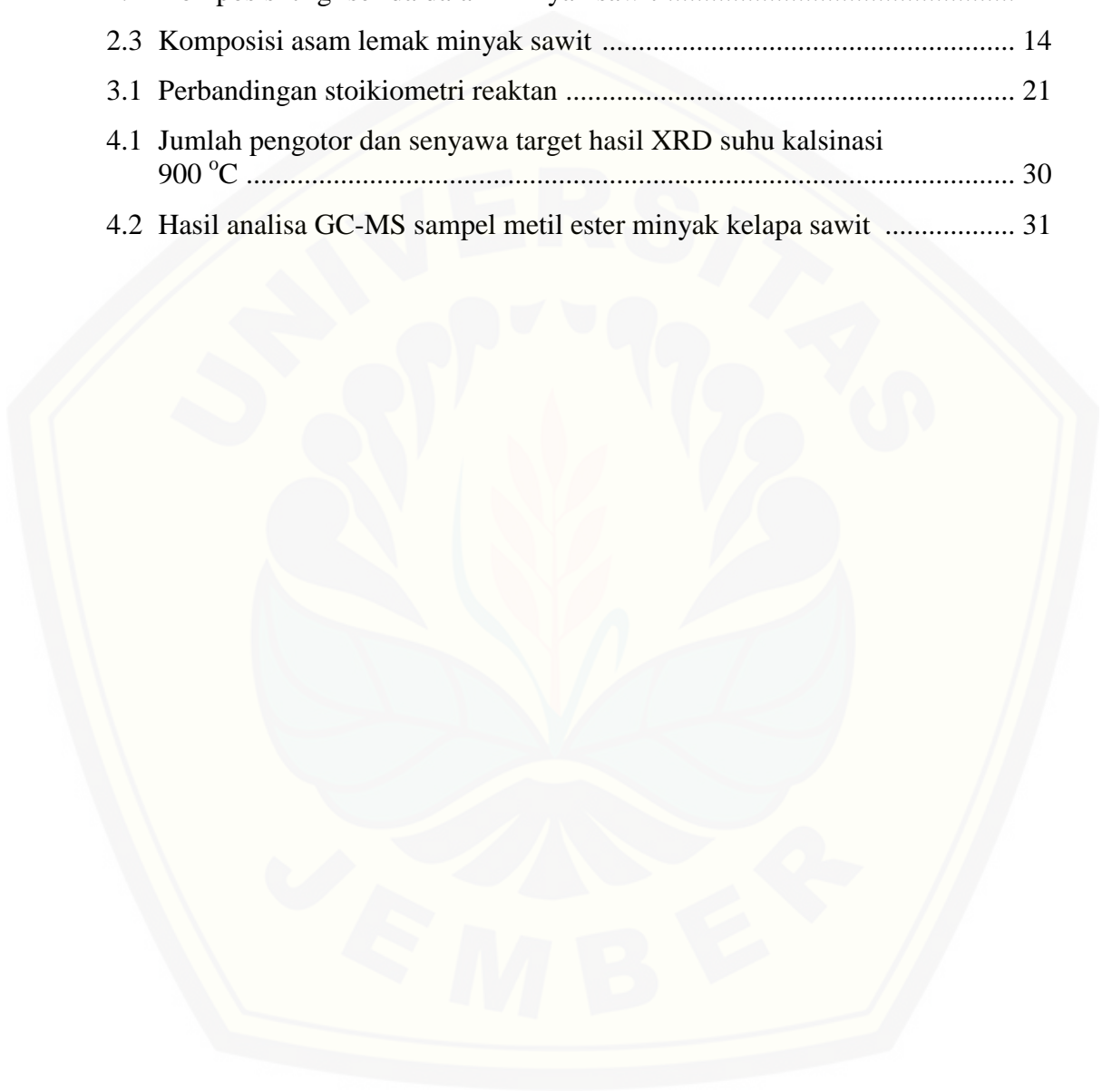
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Katalis	5
2.1.1 Jenis Katalis	6
2.1.2 Katalis Heterogen untuk Biodiesel	7
2.1.3 Kalsium Aluminat	8
2.2 Sintesis Katalis Metode Sol-Gel	9
2.3 Kompleks Asam Sitrat	10
2.4 Biodiesel	12
2.4.1 Minyak Kelapa Sawit	13

2.4.2 Reaksi Transesterifikasi	15
2.5 Karakterisasi	16
2.5.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	16
2.5.2 <i>Gas Chromatography – Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	17
BAB 3. METODE PENELITIAN	19
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Diagram Alir Penelitian	20
3.4 Prosedur Penelitian	21
3.4.1 Preparasi Katalis	21
3.4.2 Analisa Data <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	21
3.4.3 Reaksi Transesterifikasi	22
3.4.4 Analisa Data <i>Gas Chromatography – Mass Spectrometry</i> (GC-MS)	23
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Pengaruh Variasi Asam Sitrat dan Suhu Kalsinasi terhadap Pembentukan Fasa CaAl_2O_4	24
4.2 Aktivitas CaAl_2O_4 sebagai Katalis Biodiesel	30
BAB 5. PENUTUP	33
5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saran	33
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN	42

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komponen penyusun minyak sawit	14
2.2 Komposisi trigliserida dalam minyak sawit	14
2.3 Komposisi asam lemak minyak sawit	14
3.1 Perbandingan stoikiometri reaktan	21
4.1 Jumlah pengotor dan senyawa target hasil XRD suhu kalsinasi 900 °C	30
4.2 Hasil analisa GC-MS sampel metil ester minyak kelapa sawit	31



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur kristal CaAl_2O_4 monoklinik	8
2.2 Struktur asam sitrat dan kompleksnya	12
2.3 Kompleks $[\text{Ca-sitrat}]^-$	12
2.4 Reaksi transesterifikasi	15
2.5 Difraktogram kristal $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$	17
4.1 Xerogel dengan variasi asam sitrat	25
4.2 Serbuk CaAl_2O_4 dengan variasi asam sitrat 3 mol pada suhu kalsinasi 700 dan 800 °C	25
4.3 Kompleks tridentat asam sitrat	26
4.4 Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 dengan variasi asam sitrat 3, 6, dan 9 mol pada suhu kalsinasi 700 dan 800 °C	27
4.5 Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 dengan variasi asam sitrat 6 dan 9 mol pada suhu kalsinasi 900 °C	28
4.6 Kromatogram sampel metil ester minyak kelapa sawit	31

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.4 Perhitungan Pembuatan Larutan	42
3.4.1 Preparasi Katalis	42
3.4.3 Perhitungan Reaksi Transesterifikasi	43
4.1 Hasil XRD Serbuk CaAl_2O_4 yang Diolah dengan Program <i>FindIt</i> dan <i>Match</i>	46
4.1.1 Variasi asam sitrat 6 mol pada suhu 700 °C	46
4.1.2 Variasi asam sitrat 9 mol pada suhu 700 °C	48
4.1.3 Variasi asam sitrat 6 mol pada suhu 800 °C	49
4.1.4 Variasi asam sitrat 9 mol pada suhu 800 °C	51
4.1.5 Variasi asam sitrat 3 mol pada suhu 900 °C	53
4.1.6 Variasi asam sitrat 6 mol pada suhu 900 °C	55
4.1.7 Variasi asam sitrat 9 mol pada suhu 900 °C	57
4.1.8 Standar CaAl_2O_4 ICSD 159925 nomor 99-900-0007	58
4.2 GC-MS Metil Ester	59
4.2.1 Kromatogram Metil Ester	59
4.2.2 Spektrum Massa Metil Ester	60
4.2.3 Perhitungan % Konversi Metil Ester	61

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Jumlah penduduk Indonesia yang saat ini mencapai 261 juta jiwa mengkonsumsi energi mencapai 175 MTOE (*Million Tonnes Oil Equivalent*) pada tahun 2016 yang terdiri dari 41,5 % minyak bumi, 35,8 % batu bara, 19,38 % gas alam, 1,87 % tenaga air, dan 1,46 % energi terbarukan (BP Statistical Review of World Energy, 2017). Pemerintah berupaya meningkatkan produksi energi baru dan terbarukan (EBT) untuk mengurangi ketergantungan terhadap energi fosil yang tidak dapat diperbarui, yang salah satunya adalah biodiesel. Biodiesel pada umumnya diproduksi melalui reaksi transesterifikasi menghasilkan metil ester asam lemak (FAME). Transesterifikasi merupakan reaksi antara trigliserida (minyak) dengan alkohol (etanol atau metanol) menghasilkan suatu metil atau etil ester dengan bantuan katalis (Sivasamy *et al.*, 2009). Katalis dalam produksi biodiesel ada dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Aktivitas dan selektifitas katalis homogen cukup tinggi, namun susah dipisahkan dari produk biodiesel karena dalam satu fasa (Benessere *et al.*, 2016). Selain itu, katalis homogen dapat bereaksi dengan asam lemak bebas membentuk sabun sehingga dapat menurunkan *Yield* dan masih membutuhkan proses pemisahan (Kim *et al.*, 2012). Katalis heterogen memiliki fasa berbeda dengan fasa reaktan dan fasa produk sehingga mudah dipisahkan dari produk. Kelebihan lain yaitu katalis heterogen tidak korosif, kestabilan termalnya tinggi, dapat digunakan kembali, dan mudah diregenerasi (Tamborini *et al.*, 2016; Istadi *et al.*, 2015).

Katalis heterogen yang telah digunakan dalam produksi biodiesel diantaranya Li/CaO dengan *yield* sebesar 94,8% (Mangesh *et al.*, 2006), TiO₂/MgO sebesar 92,3% (Wen *et al.*, 2010), KNO₃/Al₂O₃ sebesar 84% (Amish *et al.*, 2009), dan CaO/Al₂O₃ sebesar 95% (Ndalew *et al.*, 2011). Penelitian saat ini banyak mengembangkan katalis alkali padat berpenyangga alumina sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel seperti katalis kalsium-alumina. Kelebihan kalsium-alumina sehingga digunakan sebagai katalis heterogen

diantaranya karena sumber daya kalsium yang lebih murah, distribusi ukuran pori alumina yang cukup besar, titik lelehnya tinggi, serta luas permukaan spesifik dan stabilitas situs aktifnya lebih tinggi (Komintarachat dan Chuepeng, 2009; Yan *et al.*, 2007; Moradi *et al.*, 2015). Umdu dan Seker (2012) telah mempelajari aktivitas $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam reaksi transesterifikasi menghasilkan biodiesel *yield* mencapai 96,6%. Penelitian lain juga dilakukan pada katalis $\text{KOH}/\text{Calcium aluminate}$ untuk produksi biodiesel dan menghasilkan *yield* sebesar 85,9%. Reaksi transesterifikasi dengan katalis $\text{KOH}/\text{Calcium aluminate}$ tersebut berlangsung pada suhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam menggunakan minyak canola dengan perbandingan molar 12:1 untuk metanol dan minyak, serta katalis sebanyak 3,5 %berat reaksi (Nayebzadeh *et al.*, 2016).

Sintesis katalis CaAl_2O_4 dapat dilakukan dengan beberapa metode seperti *solid state*, *combustion*, kopresipitasi, dan sol-gel. Sintesis menggunakan metode *solid state* membutuhkan waktu yang lebih singkat tetapi berlangsung pada suhu tinggi, luas permukaan katalis yang dihasilkan rendah, dan biayanya relatif mahal (Rivas *et al.*, 2005). Sintesis menggunakan metode kopresipitasi menghasilkan katalis dengan kristalinitas tinggi, tetapi waktu yang dibutuhkan lama dan suhu kalsinasi yang digunakan juga cukup tinggi (Ranjbar dan Rezaei, 2014). Sintesis menggunakan *microwave combustion methode* (MCM) yang telah dilakukan Nayebzadeh *et al.* (2016) menunjukkan waktu sintesis yang singkat, aktivitas dan kebasaaan katalis tinggi, tetapi membutuhkan biaya yang tinggi dan suhu kalsinasi tidak rendah.

Kelemahan beberapa metode tersebut dapat diatasi dengan pemilihan metode lain yang lebih menguntungkan yaitu sol-gel. Sintesis menggunakan metode sol-gel memakan waktu yang sedikit lebih lama dibandingkan kopresipitasi dan MCM, tetapi dapat berlangsung pada suhu yang lebih rendah, prosesnya sederhana, mempunyai homogenitas yang tinggi, ukuran dan morfologi partikel dapat dikontrol, serta luas permukaan spesifik dan porositas katalis dapat divariasikan (Avci *et al.*, 2012; Zhang *et al.*, 2015). Umdu dan Seker (2012) mensintesis $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel dengan suhu kalsinasi 500°C menghasilkan katalis $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dua fasa dengan kebasaaan tinggi dan luas

permukaan spesifik $0,99\text{m}^2/\text{g}$. Sintesis $\text{CaO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ juga menggunakan metode sol-gel dengan variasi *gelation temperature* sebesar 70 , 80 , dan 90 °C yang dikalsinasi pada suhu 500°C menghasilkan katalis $\text{CaO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang masih berupa campuran dengan luas permukaan spesifik sebesar $2,04\text{ m}^2/\text{g}$, $4,57\text{ m}^2/\text{g}$, dan $6,86\text{ m}^2/\text{g}$ (Moradi *et al.*, 2015).

Berdasarkan uraian di atas maka perlu dilakukan penelitian sintesis CaAl_2O_4 sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel menggunakan metode sol-gel. Selyunina *et al.* (2016) telah berhasil mensintesis CaAl_2O_4 dengan fasa rhombik dan monoklinik, serta luas permukaan spesifiknya $<1\text{ m}^2/\text{g}$. Sintesis CaAl_2O_4 tersebut menggunakan metode sol-gel yang dikalsinasi pada suhu 1000°C dengan perbandingan stoikiometri material awal $\text{Ca}^{2+} : \text{Al}^{3+} : \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 = 1 : 2 : 3$ mol. Asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) dimanfaatkan sebagai agen pembentuk gel pada sintesis katalis CaO menggunakan metode sol-gel yang telah dilakukan oleh Nualpaeng *et al.* (2014). Penggunaan variasi jumlah mol asam sitrat diharapkan memberikan pengaruh terhadap pembentukan fasa katalis CaAl_2O_4 sehingga kalsinasi dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah. Penelitian yang dilakukan oleh Ranjbar dan Rezaei (2014) diperoleh katalis $\text{CaO}/2\text{Al}_2\text{O}_3$ tanpa pengotor pada suhu kalsinasi 1100 °C. Pada penelitian Nayebzadeh *et al.* (2016) terbentuk $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ satu fasa dengan suhu kalsinasi 700 °C, sedangkan Umdu dan Seker (2012) pada suhu kalsinasi 500 °C juga terbentuk $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dua fasa.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut maka dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi penambahan asam sitrat dan suhu kalsinasi terhadap pembentukan fasa CaAl_2O_4 ?
2. Bagaimana aktivitas material hasil sintesis yang optimum sebagai katalis biodiesel?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini yaitu:

1. Mempelajari pengaruh variasi penambahan asam sitrat dan suhu kalsinasi terhadap pembentukan fasa CaAl_2O_4 .
2. Mempelajari aktivitas material hasil sintesis yang optimum sebagai katalis biodiesel.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Minyak yang digunakan dalam produksi biodiesel adalah minyak goreng (sawit).
2. Aktivitas katalis menggunakan % konversi.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini diantaranya:

1. Memberikan solusi dalam peningkatan produksi biodiesel sebagai energi alternatif terbarukan menggunakan katalis heterogen CaAl_2O_4 .
2. Memberikan informasi mengenai jumlah mol asam sitrat yang optimum dalam sintesis CaAl_2O_4 menggunakan metode sol-gel.
3. Memberikan informasi mengenai suhu optimum kalsinasi dalam sintesis CaAl_2O_4 menggunakan metode sol-gel.
4. Memanfaatkan minyak goreng sebagai bahan untuk produksi biodiesel.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis

Katalis adalah suatu zat atau senyawa yang dapat meningkatkan laju reaksi untuk mencapai kesetimbangannya tanpa terkonsumsi dalam suatu reaksi. Katalis terlibat dalam proses reaksi, namun dihasilkan kembali pada akhir reaksi tanpa bergabung dengan produk reaksi. Proses reaksi menggunakan katalis disebut reaksi katalisis. Katalis ditambahkan pada suatu sistem reaksi untuk menurunkan energi aktivasi (E_a). Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan agar reaksi dapat berlangsung dan menghasilkan produk. Penambahan katalis dalam suatu sistem reaksi akan mempermudah pereaksi membentuk kompleks teraktifkan untuk menghasilkan intermediet reaktif yang membentuk produk (Wibowo, 2004).

Katalis yang diharapkan dalam suatu reaksi idealnya bersifat aktif, selektif, stabil, dan ekonomis. Pembentukan intermediet akibat interaksi antar reaktan dapat dipercepat jika katalis bersifat aktif. Selektif berarti katalis mampu memperbanyak produk utama yang diinginkan dan memperkecil produk samping dari suatu reaksi katalisis. Stabil dapat diartikan bahwa katalis tidak berubah sifat fisika dan kimianya setelah reaksi katalisis berakhir. Katalis bersifat ekonomis dengan artian bahwa jumlah katalis yang digunakan hanya sedikit untuk mengurangi biaya reaksi katalisis, namun produk reaksinya lebih baik daripada reaksi tanpa katalis (Gates, 1992).

Katalis dikatakan efektif dalam meningkatkan kecepatan suatu reaksi karena katalis mampu membuat mekanisme alternatif, dimana tiap tahapan memiliki energi aktivasi lebih rendah daripada reaksi tanpa ada katalis. Katalis juga mampu memperbesar kemungkinan terjadinya tumbukan efektif antara molekul reaktan karena molekul-molekul reaktan akan teradsorpsi pada permukaan aktif katalis, sehingga kemungkinan terjadi interaksi antar molekul-molekul reaktan akan semakin besar (Gates, 1992). Tiga komponen utama penyusun katalis adalah situs aktif, penyangga atau pengemban, dan promotor. Situs aktif berperan dalam reaksi

kimia yang diharapkan, penyangga berperan dalam memodifikasi komponen aktif, menyediakan permukaan yang luas, dan meningkatkan stabilitas katalis. Sedangkan promotor berperan dalam meningkatkan atau membatasi aktivitas katalis dan struktur katalis (Istadi, 2011).

2.1.1 Jenis Katalis

Menurut Wang *et al.* (2001) katalis secara umum dikelompokkan menjadi katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis enzim seperti berikut:

a. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan fasa reaktan dan produk. Dengan kata lain, interaksi antara reaktan dan katalis berada dalam fasa yang sama. Kelemahan dari katalis homogen yaitu pemurnian produk dari katalis dan produk samping yang dihasilkan harus dilakukan berulang kali, katalis homogen asam bersifat korosif, dan tidak dapat diregenerasi.

b. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan fasa reaktan dan fasa produk yang berarti interaksi antara substrat dan katalis berada dalam fasa yang berbeda. Katalis heterogen mempunyai keuntungan antara lain mudah dipisahkan dari produk, tidak bersifat korosif, tidak beracun, dan tidak mencemari lingkungan. Pada proses katalis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) sebagai berikut:

- Transport reaktan ke permukaan katalis.
- Interaksi antara reaktan dengan katalis (proses adsorpsi pada permukaan katalis).
- Reaksi antara spesies-spesies teradsorpsi menghasilkan produk.
- Desorpsi produk dari permukaan katalis.
- Transport produk menjauhi katalis.

c. Katalis Enzim

Katalis enzim adalah molekul protein dengan ukuran koloid yang memiliki fasa yang berada di antara katalis homogen dan katalis heterogen.

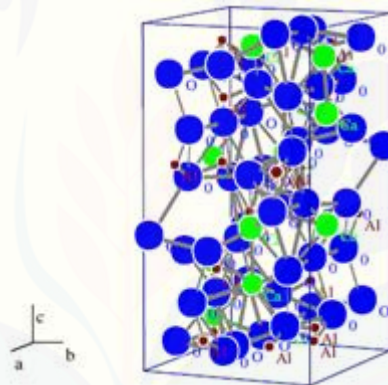
2.1.2 Katalis Heterogen untuk Biodiesel

Aspek yang memegang peranan penting dalam produksi biodiesel adalah penggunaan katalis pada reaksi transesterifikasi trigliserida. Katalis homogen dapat bereaksi dengan asam lemak bebas membentuk sabun sehingga dapat menurunkan *yield* dan masih membutuhkan proses pemisahan dari produk biodiesel karena dalam satu fasa (Kim *et al.*, 2012). Katalis heterogen lebih mudah dipisahkan dari produk karena memiliki fasa yang berbeda, tidak korosif, kestabilan termalnya tinggi, dapat digunakan kembali, dan mudah diregenerasi (Tamborini *et al.*, 2016; Istadi *et al.*, 2015). Katalis heterogen yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk produksi biodiesel berfasa padat sedangkan reaktannya berfasa cair. Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis heterogen biasanya dilakukan pada suhu dan tekanan yang tinggi, sehingga agar dapat berlangsung pada suhu rendah maka katalis perlu diaktivasi terlebih dahulu dengan impregnasi atau kalsinasi. Kinerja katalis heterogen dalam produksi biodiesel cukup baik berdasarkan % *yield* yang dihasilkan umumnya berada pada kisaran 90–97% yang berarti katalis heterogen menghasilkan produk biodiesel dengan tingkat kemurnian yang tinggi (Bharathiraja *et al.*, 2014).

Katalis heterogen yang sering digunakan dalam produksi biodiesel adalah kalsium oksida (CaO). CaO merupakan katalis heterogen dengan aktivitas katalitik dan kebasaaan yang cukup tinggi. Namun, CaO mudah larut dan mudah bereaksi dengan CO₂ sehingga aktivitas katalitiknya menurun. Berdasarkan hal tersebut maka banyak dilakukan modifikasi katalis CaO dengan logam lain seperti CaO/ZnO, CaO/Al₂O₃, CaO/Li (Kesic *et al.*, 2016). Modifikasi katalis pada permukaan material pendukung katalis telah dilakukan oleh Zabeti *et al.* (2009), katalis CaO diimpregnasi dengan alumina. Material alumina memiliki luas permukaan yang tinggi, ketahanan termal dan mekanik yang baik sehingga cocok digunakan sebagai material pendukung katalis. Katalis tersebut menunjukkan performa yang baik dengan dihasilkan *yield* sebesar 95%. Katalis heterogen lain yang telah digunakan dalam produksi biodiesel diantaranya Li/CaO dengan *yield* sebesar 94,8% (Mangesh *et al.*, 2006), TiO₂/MgO sebesar 92,3% (Wen *et al.*, 2010), CaO/Al₂O₃ sebesar 95% (Ndalew *et al.*, 2011).

2.1.3 Kalsium aluminat

Kalsium aluminat dengan rumus struktur $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ memiliki beberapa senyawaan diantaranya kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4), kalsium dialuminat ($\text{CaO-2Al}_2\text{O}_3$), kalsium heksaaluminat ($\text{CaO-6Al}_2\text{O}_3$), trikalsium aluminat ($3\text{CaO-Al}_2\text{O}_6$), and mayenit ($12\text{CaO-7Al}_2\text{O}_3$). Kalsium aluminat banyak diaplikasikan sebagai keramik optik, keramik struktural, dan pendukung katalis (Rivas *et al.*, 2005). Struktur kristal kalsium monoaluminat (CaAl_2O_4) telah dianalisa menggunakan analisis difraksi sinar-X menunjukkan bahwa kalsium aluminat mempunyai struktur kristal monoklinik dengan grup ruang P121/n1, parameter kisi selnya adalah $a = 8,700 \text{ \AA}$, $b = 8,0920 \text{ \AA}$, $c = 15,1910 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 90,2^\circ$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kristal CaAl_2O_4 monoklinik (Sumber: Kraus dan Nolze, 1999)

Kalsium aluminat telah dilakukan sintesis dengan beberapa metode. Nayebzadeh *et al.* (2016) melakukan sintesis kalsium aluminat menggunakan metode MCM (*Microwave Combustion Methode*) yang diimpregnasi dengan KOH. Aktivitas dan kebiasaannya meningkat dengan penambahan KOH. Namun, terbentuk fasa mayenit ($12\text{CaO-7Al}_2\text{O}_3$) setelah dilakukan impregnasi. Selyunina *et al.* (2016) juga melakukan sintesis CaAl_2O_4 menggunakan metode sol-gel dan dihasilkan CaAl_2O_4 dengan fasa rhombik dan monoklinik. Metode pechini juga dilakukan dalam sintesis menghasilkan kristal CaAl_2O_4 dengan kemurnian tinggi tanpa pengotor (fasa sekunder) (Gaki *et al.*, 2007).

2.2 Sintesis Katalis Metode Sol-Gel

Metode sol-gel adalah salah satu metode sintesis material dari suatu larutan kimia atau partikel koloid untuk menghasilkan suatu bentuk gel dari sol yang mengandung fasa cair yaitu air. Pada metode sol-gel, larutan mengalami perubahan fasa menjadi sol (koloid yang memiliki padatan tersuspensi dalam larutannya), dan kemudian menjadi gel (koloid dengan fraksi solid yang lebih besar dari pada sol). Sol merupakan suatu sistem koloid dengan partikel-partikel atau molekul-molekul besar berdiameter 1-500 nm terdiferusi dalam cairan. Gel merupakan suatu koloid bersifat padat dengan substansinya terdispersi (min. 1-3% beratnya) secara terus-menerus membentuk percabangan jaringan yang terikat secara kuat (Perry, 1996). Prekursor molekular pada proses sol-gel dirubah menjadi partikel berukuran nano untuk membentuk suspensi koloid atau sol. Nanopartikel koloid ini kemudian berikatan satu dengan yang lain melalui proses polimerisasi untuk membentuk gel. Polimerisasi membuat proses difusi kimia terus meningkat kemudian gel tersebut dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan bubuk (Khaleel dan Richard, 2001).

Proses sol-gel dapat dilakukan pada suhu rendah dan produknya mempunyai kehomogenan tingkat molekul. Prekursor untuk sintesis sol-gel biasanya dalam bentuk logam alkoksida ($M(OR)_z$) atau garam logam seperti klorida, oksiklorida, dan nitrat. Jalur dalam proses sol-gel terdapat dua bagian yaitu jalur hidrolisis dan poli kondensasi, dan jalur Pechini. Apabila prekursor berbentuk logam alkoksida, perubahan bentuk sol menjadi bentuk gel terjadi melalui reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi. Sedangkan apabila prekursor dalam bentuk garam logam, proses sol-gel melalui jalur pechini. Proses sol-gel pechini biasanya menggunakan asam sitrat sebagai pengkhatnya. Penggunaan asam sitrat sebagai pengkhatnya karena asam sitrat merupakan agen pengompleks yang efektif dan relatif murah. Contoh proses sol-gel pechini adalah sintesis Al_2O_3 nanopartikel, $LiMn_2O_4$ nanopartikel (Syarif, 2016). Sintesis katalis CaO yang dilakukan oleh Nualpaeng *et al.* (2014) dengan metode *gel-combustion* menggunakan $Ca(NO_3)_2$ dan $CaCO_3$ sebagai prekursor dan asam sitrat sebagai *fuel* dan *gelling agent*. Selyunina *et al.* (2016) juga memanfaatkan asam sitrat sebagai agen pembentuk gel dalam sintesis

CaAl_2O_4 menggunakan metode sol-gel dengan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ dan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ sebagai prekursor dan perbandingan mol pada material awal yang digunakan yaitu $\text{Ca}^{2+}:\text{Al}^{3+}:\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (asam sitrat) = 1:2:3.

Sintesis katalis menggunakan metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan seperti diperolehnya material yang stabil, suhu yang digunakan lebih rendah, serta dapat mencapai tingkat kemurnian yang tinggi (Avcı *et al.*, 2012; Zhang *et al.*, 2015). Teknik sol-gel banyak dimanfaatkan untuk proses sintesis material, terutama memperlihatkan kemampuan, kemurnian, homogenitas, dan modifikasi sifat material dengan mengubah parameter sintesisnya (Zawrah *et al.*, 2009). Penelitian tentang sol-gel yang telah ada menunjukkan bahwa proses sol-gel tidak hanya menghasilkan material yang homogen, tetapi sol-gel juga dapat digunakan untuk sintesis berbagai macam material campuran antara organik dan anorganik (Bandyopadhyay *et al.*, 2005).

Tahapan-tahapan dalam proses sol-gel sesuai dengan produk yang akan dibuat. Apabila produknya berupa film tipis (*thin film*), maka prekursor langsung dilapiskan pada substrat, lalu dipanaskan pada suhu tertentu. Bisa juga prekursor dihidrolisis dan dipolimerisasi terlebih dahulu menjadi sol, lalu sol dilapiskan pada substrat kemudian dipanaskan pada suhu tertentu. Jika produknya berupa serbuk nanopartikel, maka dapat dilakukan dengan dua jalur. Pertama, sol diendapkan lalu dipanaskan dan hasilnya digerus (*precipitation*). Kedua, sol dipanaskan pada suhu rendah hingga menghasilkan gel basah (*wet gel*), lalu dipanaskan pada suhu lebih tinggi untuk menghasilkan *xerogel*. Kemudian *xerogel* dikalsinasi pada suhu tertentu, dan hasilnya digerus. Apabila ingin menghasilkan produk benda padat tertentu, *xerogel* dapat langsung disinter. Sedangkan untuk menghasilkan keramik *fiber*, sol dispin lalu dipanaskan (Syarif, 2016).

2.3 Kompleks Asam Sitrat

Asam organik dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam (non ionik, anionik atau kationik) bergantung jumlah muatan atom atau ion logam

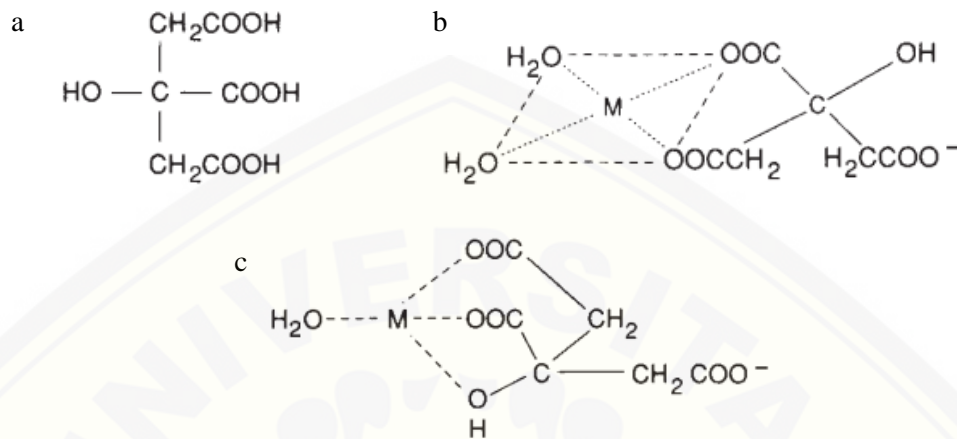
pusat, serta ion dan molekul sekitarnya (Basolo dan Johnson, 1964; Munier-Lamy dan Berthelin, 1983). Asam organik yang memiliki gugus fungsional $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ fenolat, maupun $-\text{OH}$ alkoholit, dapat membentuk kompleks dengan ion logam (Ariyanto, 2006). Khelasi menggunakan asam organik akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi pengkhelat. Tingginya konsentrasi materi organik larut air mampu menarik ion logam kembali ke air dan membentuk kompleks (Setiawan, 2008).

Asam sitrat adalah asam organik dengan tiga gugus karboksilat dan satu gugus hidroksil. Asam sitrat sebagai ligan multidentat yang dapat membentuk kompleks stabil dengan berbagai ion logam. Asam sitrat mengandung dua atau lebih kelompok donor elektron yang dapat membentuk satu cincin atau lebih, sehingga asam sitrat disebut agen pengkhelat dan kompleks yang dihasilkan disebut logam khelat (Martell dan Calvin, 1952). Kompleksasi seperti itu bergantung pada konsentrasi relatif anion dan logam dalam larutan, pH dan konstanta stabilitas berbagai kompleks (Denevre *et al.*, 1996).

Asam sitrat dapat membentuk kompleks mononuklear, binuklear, atau polinuklear bergantung pada logamnya. Asam sitrat dengan Ca^{2+} , Fe^{3+} , dan Ni^{2+} membentuk kompleks bidentat, kompleks mononuklear dengan dua gugus asam karboksilat seperti pada Gambar 2.2 (Francis *et al.*, 1992). Sedangkan kompleks tridentat Ca-sitrat dapat dilihat pada Gambar 2.3. Kompleks tridentat Ca-sitrat membentuk dua cincin khelat yaitu satu cincin 5 dan satu cincin 6 yang melibatkan dua gugus karboksilat dan satu gugus hidroksil.

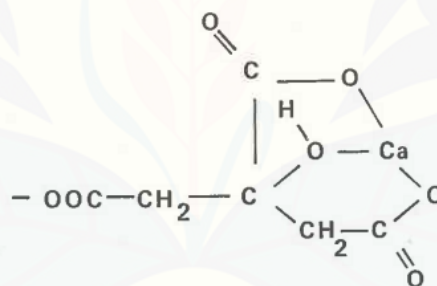
Asam sitrat juga dapat membentuk kompleks dengan ion logam Al^{3+} . Asam sitrat yang memiliki tiga gugus karboksilat dan satu gugus hidroksil berkemungkinan membentuk kompleks dengan Al^{3+} seperti kompleks monodentat, bidentat, dan tridentat. Asam sitrat yang membentuk kompleks dengan Al^{3+} hanya melibatkan gugus karboksilat saja akan menghasilkan kompleks yang kurang stabil. Asam sitrat sebagai ligan tridentat lebih stabil membentuk kompleks dengan Al^{3+} melibatkan gugus hidroksil dan gugus karboksilat membentuk cincin 5 atau 6 bergantung pada gugus karboksilat yang terlibat (de Noronha *et al.*, 2007). Berdasarkan hasil percobaan sinar-X diketahui

struktur tridentat terbentuk. Kompleks oktahedral memanjang dari dua ligan sitrat yang terdeprotonasi terikat pada Al^{3+} . Sitratnya terkoordinasi dengan aluminium melalui dua gugus karboksilat dan gugus hidroksil (Aquino *et al.*, 2001).



(a) Asam sitrat; (b) Kompleks bidentat; (c) Kompleks tridentat

Gambar 2.2 Struktur asam sitrat dan kompleksnya (Sumber: Francis *et al.*, 1992)



Gambar 2.3 Kompleks $[\text{Ca-sitrat}]^-$ (Sumber: Chaberek dan Martell, 1959)

2.4 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dan terbarukan yang saat ini sedang dikembangkan sebagai pengganti bahan bakar fosil. Biodiesel selain bersifat *renewable* dan *biodegradable* juga memiliki beberapa kelebihan yaitu hampir tidak mengandung sulfur, lebih ramah lingkungan, memiliki bilangan asap (*Smoke Number*) rendah, dan angka setana (*Cetane Number*) berkisar antara 57-62 sehingga efisiensi pembakaran lebih baik daripada bahan bakar diesel. Biodiesel

terbentuk dari bahan baku minyak nabati atau lemak hewani yang mengandung monoalkil ester dari rantai panjang asam-asam lemak jenuh maupun tidak jenuh. Minyak nabati lebih sering digunakan sebagai bahan baku biodiesel dibandingkan dengan lemak hewani. Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas yang bergantung pada kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku (Hambali, 2006).

2.4.1 Minyak Kelapa Sawit

Buah kelapa sawit merupakan buah yang kaya dengan minyak. Kelapa sawit dapat menghasilkan dua jenis minyak dari buah yang sama. Proses pengepresan daging buah sawit akan menghasilkan minyak sawit kasar (*Crude Palm Oil*, CPO), sedangkan pengepresan inti sawit akan menghasilkan minyak inti sawit kasar (*Crude Palm Kernel Oil*, CPKO). CPO kaya dengan asam palmitat (C_{16}), sedangkan CPKO kaya dengan asam laurat (C_{12}) dan asam miristat (C_{14}). CPO lebih banyak diproses lebih lanjut menjadi minyak goreng yang biasa disebut minyak sawit (Hariyadi, 2014).

Komponen penyusun minyak sawit terdiri dari campuran trigliserida dan komponen minor lainnya seperti pada Tabel 2.1. Komposisi trigliserida dalam minyak kelapa sawit dapat dilihat pada Tabel 2.2. Trigliserida dapat berfasa padat atau cair pada suhu kamar bergantung pada komposisi asam lemak penyusunnya. Semakin jenuh asam lemak dalam molekul trigliserida, maka semakin tinggi titik beku atau titik leleh minyak tersebut sehingga pada suhu kamar biasanya berfasa padat. Sebaliknya semakin tidak jenuh asam lemak dalam molekul trigliserida maka semakin rendah titik beku atau titik leleh minyak tersebut sehingga pada suhu kamar berada pada fasa cair (Pasaribu, 2004). Minyak sawit memiliki komposisi asam lemak jenuh dan tidak jenuh dengan proporsi yang seimbang. Komposisi asam lemak minyak sawit disajikan dalam Tabel 2.3. Minyak sawit bersifat semi padat, dengan titik leleh bekisar antara 33-39 °C dan dapat difraksinasi menjadi minyak yang lebih jenuh maupun minyak yang lebih tidak jenuh (Hariyadi, 2014).

Tabel 2.1. Komponen penyusun minyak sawit

Komponen	Komposisi (%)
Trigliserida	95,62
Asam lemak bebas	4,00
Air	0,20
Phosphatida	0,07
Karoten	0,03
Aldehid	0,07

(Sumber: Gunstone, 1997).

Tabel 2.2 Komposisi trigliserida dalam minyak sawit

Trigliserida	Jumlah (%)
Tripalmitin	3 – 5
Dipalmito-Stearine	1 – 3
Oleo-Miristopalmitin	0 – 5
Oleo-Dipalmitin	21 – 43
Oleo-Palmitostearine	10 – 11
Palmito-Diolein	32 – 48
Stearo-Diolein	0 – 6
Linoleo-Diolein	3 – 12

(Sumber: Ketaren, 1986).

Tabel 2.3. Komposisi asam lemak minyak sawit

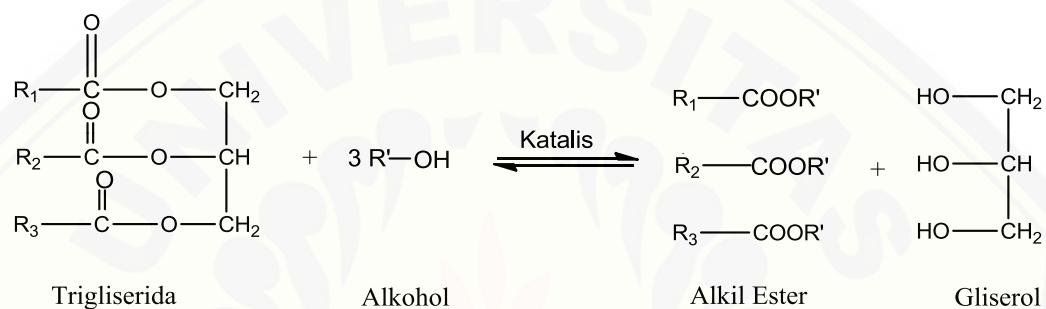
Asam Lemak *)	% Terhadap Asam Lemak Total	
	Kisaran	Rata-rata
Asam Laurat (C12:0)	0,1 – 1,0	0,2
Asam Miristat (C14:0)	0,9 – 1,5	1,1
Asam Palmitat (C16:0)	41,8 – 45,8	44,0
Asam Palmitoleat (C16:1)	0,1 – 0,3	0,1
Asam Stearat (18:0)	4,2 – 5,1	4,5
Asam Oleat (C18:1)	37,3 – 40,8	39,2
Asam Linoleat (C18:2)	9,1 – 11,0	10,1
Asam Linolenat (C18:3)	0,0 – 0,6	0,4
Asam Arakidonat (C20:0)	0,2 – 0,7	0,4
Total		100

*) asam lemak dinyatakan dengan notasi **Cm:n**, dimana **m** adalah panjang rantai karbon, dan **n** adalah jumlah ikatan rangkap.

(Sumber: Hariyadi, 2014)

2.4.2 Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi dari minyak atau lemak dengan alkohol untuk membentuk ester dan gliserol. Transesterifikasi terdiri dari tiga reaksi reversibel yaitu konversi trigliserida menjadi digliserida, digliserida menjadi monogliserida dan monogliserida menjadi alkil ester dan gliserol (Chouhan, 2011). Reaksi transesterifikasi meliputi pengubahan lemak/minyak menjadi senyawa alkil ester. Umumnya pada reaksi transesterifikasi diperlukan adanya katalis berdasarkan reaksi pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Reaksi transesterifikasi (Brunschwing *et al.*, 2012)

Proses transesterifikasi menurut Meher *et al.* (2006) dipengaruhi oleh beberapa faktor penting diantaranya:

a. Suhu Reaksi

Pengaruh suhu terhadap reaksi transesterifikasi menghasilkan metil ester dengan bahan baku trigliserida dapat dilakukan dalam berbagai suhu reaksi. Peningkatan suhu menghasilkan peningkatan laju transesterifikasi. Meskipun demikian, suhu yang paling tepat untuk transesterifikasi adalah 80°C dengan tidak adanya kandungan asam lemak bebas di dalam bahan baku (Konwar, 2013).

b. Perbandingan Molar Alkohol dengan Minyak

Perbandingan molar antara metanol dengan minyak merupakan salah satu faktor yang sangat penting dengan adanya asam lemak bebas yang terkandung di dalam bahan baku minyak maupun lemak. Karena transesterifikasi merupakan reaksi yang setimbang, maka dibutuhkan alkohol berlebih agar kesetimbangan mengarah pada pembentukan ester asam lemak. Yao *et al.* (2010) telah melakukan reaksi transesterifikasi minyak biji kapas dengan variasi mol alkohol dengan

minyak yaitu 3 : 1 ; 9 : 1 ; 12 : 1 (mol / mol) dengan metil ester maksimal yang diperoleh pada perbandingan 12 : 1 (mol / mol)

c. Waktu Reaksi

Semakin lama waktu reaksi transesterifikasi maka semakin besar *yield* yang diperoleh dari reaksi tersebut. Yao, *et al.* (2010) telah melakukan reaksi transesterifikasi minyak biji kapas dengan variasi waktu 1-5 jam. Diperoleh hasil bahwa metil ester meningkat pada waktu reaksi 1 dan 2 jam sedangkan pada 3-5 jam peningkatan kadar metil ester yang terjadi tidak terlalu signifikan (Yao, *et al.*, 2010).

d. Katalisator

Penambahan katalisator dapat menurunkan energi aktivasi. Semakin kecil energi aktivasi maka konstanta kecepatan reaksi semakin besar. Katalisator yang dapat digunakan berupa asam atau basa.

e. Pengadukan

Pengadukan sangat penting karena minyak, katalis, dan metanol merupakan campuran yang *immiscible*. Pengadukan akan meningkatkan tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga dapat mempercepat reaksi.

2.5 Karakterisasi

2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk mengidentifikasi fasa suatu katalis dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis. Kebanyakan dari katalis adalah berbentuk padatan kristal seperti oksida logam, zeolit, dan logam yang berpenyangga. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti *et al.*, 1997).

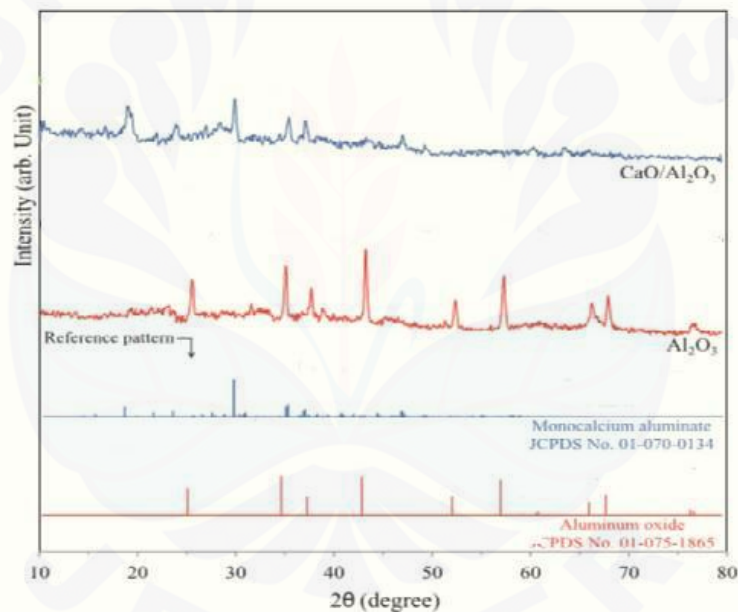
Pada analisis menggunakan XRD, kristal katalis memantulkan sinar-X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Dengan melakukan sudut kedatangan sinar-X maka spektrum pantulan adalah spesifik yang berhubungan

langsung dengan *lattice spacing* dari kristal yang dianalisis. Pola difraksi dikelompokkan berdasarkan intensitas peak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller (hkl) sebagai fungsi 2θ , dimana θ menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan *Bragg*. Pada persamaan interpretasi Hukum *Bragg* dilakukan berdasarkan asumsi bahwa permukaan dari mana sinar X dipantulkan adalah datar.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \dots\dots\dots(2.1)$$

Dimana d menyatakan jarak antar lapisan atom atau ion yang berdekatan, λ menyatakan panjang gelombang radiasi sinar-X, dan n adalah urutan pantulan (Richardson, 1989).

Gambar berikut merupakan difraktogram kristal $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$.



Gambar 2.5 Difraktogram kristal $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Sumber: Nayebzadeh *et al.*, 2016)

2.5.2 Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)

Metode kromatografi adalah metode pemisahan komponen dari suatu campuran menggunakan dua fasa yaitu fasa gerak (*mobile phase*) dan fasa diam (*stationary phase*). Proses pemisahan pada kolom kromatografi apabila fasa

geraknya adalah gas maka disebut kromatografi gas. Fasa diam yang terdapat pada kolom kromatografi umumnya suatu cairan, tetapi dapat berupa zat padat dan zat cair yang dapat mengabsorpsi komponen-komponen dalam sampel (Lestari, 2009). Prinsip dasar kromatografi gas melibatkan volatilisasi sampel dalam injektor, pemisahan komponen-komponen dalam campuran, dan deteksi tiap komponen dengan detektor. Kromatografi gas digunakan untuk memisahkan komponen campuran kimia dalam suatu bahan berdasarkan polaritas campuran (Eaton, 1989).

Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS) merupakan metode pemisahan senyawa organik dengan dua metode analisis yaitu kromatografi gas dan spektrometri massa. Analisis kromatografi gas digunakan untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif, sedangkan spektrometri massa untuk menganalisis struktur senyawa analit. Spektrometri massa pada umumnya digunakan untuk menentukan massa molekul, rumus molekul, dan untuk mengetahui informasi dari struktur dengan melihat pola fragmentasinya (Silverstein, 1986).

Hasil analisis GC-MS akan diperoleh dua informasi dasar, yaitu hasil analisis kromatografi gas yang ditampilkan dalam bentuk kromatogram dan hasil analisis spektrometri massa yang ditampilkan dalam bentuk spektrum massa. Informasi mengenai jumlah komponen kimia dalam campuran yang dianalisis dapat diketahui melalui kromatogram yang ditunjukkan oleh jumlah puncak yang terbentuk pada kromatogram dengan kuantitasnya masing-masing. Hasil analisis spektroskopi berupa spektrum massa berupa gambaran mengenai jenis dan jumlah fragmen molekul yang terbentuk dari suatu komponen kimia. Setiap fragmen yang terbentuk dari pemecahan suatu komponen kimia memiliki berat molekul yang berbeda (m/z). Spektrum massa komponen kimia yang diperoleh selanjutnya diidentifikasi dengan cara dibandingkan dengan spektrum massa yang terdapat dalam suatu bank data (Agusta, 2000)

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Kimia Analitik dan Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Analisa XRD dilakukan di Laboratorium Kimia Material dan Metalurgi FTI - ITS. Analisa GC-MS dilakukan di Laboratorium Kimia Organik FMIPA - UGM. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Juli 2018 – Agustus 2019.

3.2 Alat dan Bahan

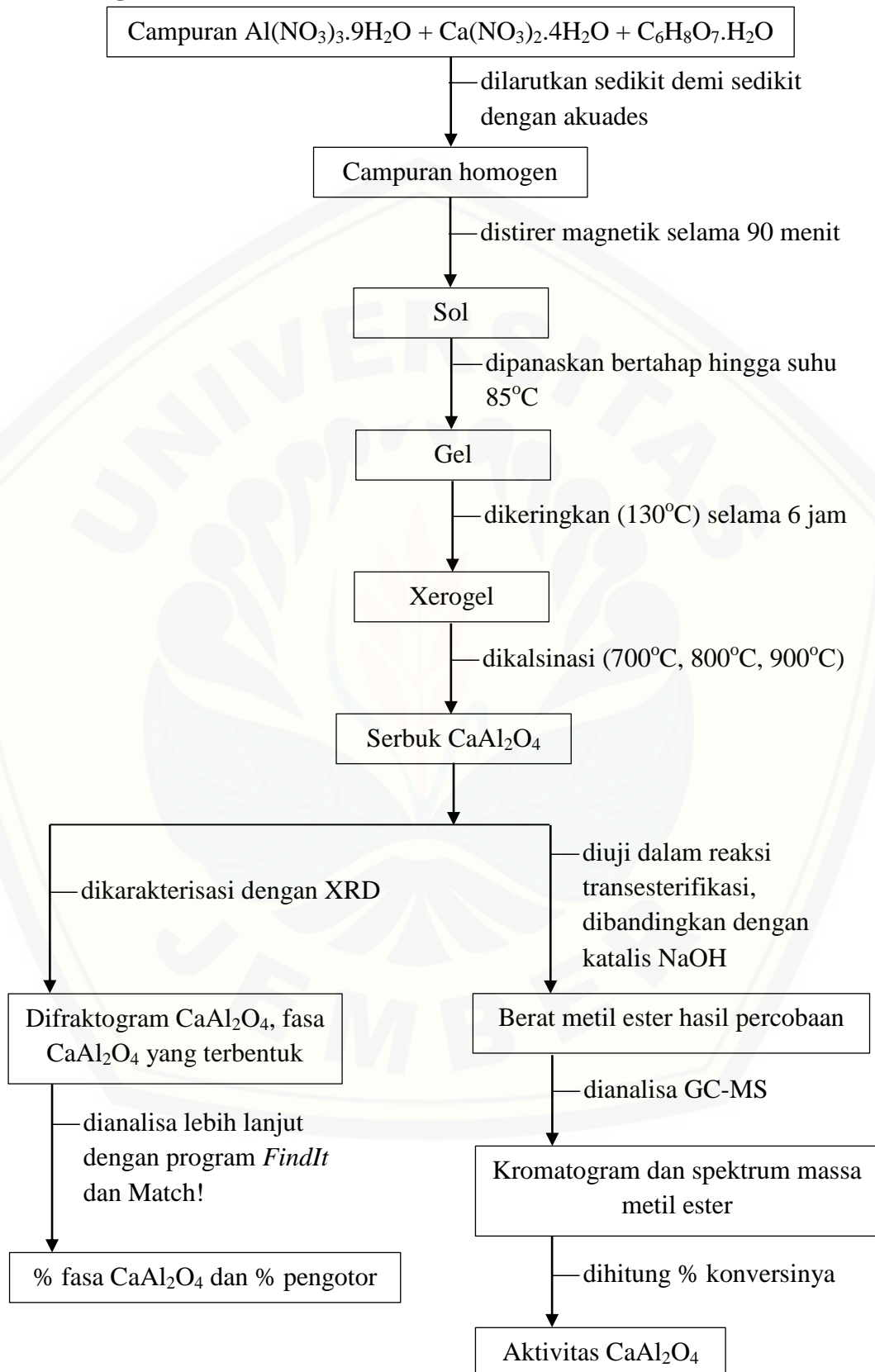
3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah gelas beaker 50, 100, dan 150 mL, gelas ukur 10 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, pipet tetes, cawan, *hot plate*, termometer, stirer magnetik dan anak stirer, mortar dan alu, neraca analitik, oven, *furnace*, corong pisah, labu alas bulat 150 mL, set alat refluks, *centrifuge*, alat *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)*.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Merck p.a, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ SAP e.p, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ SAP e.p, NaOH Merck p.a, akuades, metanol Merck p.a, MgSO_4 teknis, dan minyak goreng sawit SunCo.

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Katalis

Aluminium (Al^{3+}) nitrat nonahidrat, kalsium (Ca^{2+}) nitrat tetrahidrat, dan asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) monohidrat dengan perbandingan seperti pada Tabel 3.1 masing-masing ditambahkan akuades tetes demi tetes hingga campuran larut. Setiap larutan sampel kemudian diaduk menggunakan stirer magnetik selama 90 menit dan dipanaskan bertahap hingga suhu $85\text{ }^\circ\text{C}$ agar reaksi kompleksasi sempurna membentuk gel. Gel yang terbentuk dikeringkan selama 6 jam pada suhu $130\text{ }^\circ\text{C}$ hingga terbentuk Xerogel. Xerogel yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada suhu 700 , 800 , dan $900\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam.

Tabel 3.1 Perbandingan stoikiometri reaktan

Sampel	Al^{3+} (mol)	Ca^{2+} (mol)	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (mol)	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (gram)	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (gram)	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (gram)
I (1:1)	0,010	0,005	0,015	3,75	1,18	3,15
II (1:2)	0,010	0,005	0,030	3,75	1,18	6,30
III (1:3)	0,010	0,005	0,045	3,75	1,18	9,45

3.4.2 Analisa Data X-Ray Diffraction (XRD)

Serbuk CaAl_2O_4 yang berwarna putih dianalisa dengan X-ray diffraction (XRD) menggunakan radiasi Cu-K_α (40 kV dan 30 mA) yang diemisikan melalui monokromator untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Difraktogram dipindai mulai $5^\circ - 90^\circ$ (2θ) dengan laju pemindaian 2° per menit. Interferensi konstruktif radiasi sinar-X akan terbaca sebagai puncak dalam grafik yang dihasilkan (Khan *et al.*, 2016).

Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 dianalisa lebih lanjut menggunakan program *FindIt* untuk mencari standar CaAl_2O_4 dan kemungkinan pengotor. Standar dan kemungkinan pengotor yang sudah disimpan dalam format *.cif atau *.dat dari *FindIt* akan digunakan sebagai database dalam program *Match!* sehingga dapat diketahui difraktogramnya. Data XRD serbuk CaAl_2O_4 hasil sintesis dalam format *.rd selanjutnya diolah menggunakan program *Match!* untuk dibandingkan dengan standar CaAl_2O_4 dan mengetahui pengotornya. Setelah file dibuka maka

secara otomatis akan ditampilkan database senyawa-senyawa yang mirip dengan diffraktogram senyawa yang dianalisis. % fasa CaAl_2O_4 dan % pengotornya akan terhitung secara otomatis dari programnya setelah ditentukan database CaAl_2O_4 dan pengotor yang dipilih. Data 2θ , *d-spacing*, intensitas, dan FWHM dari senyawa yang dianalisis akan ditampilkan dalam *report* dan dapat disimpan dalam bentuk *.pdf.

3.4.3 Reaksi Transesterifikasi

Aktivitas katalis ditentukan dari % konversi metil ester berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan metanol. Percobaan dilakukan menggunakan labu alas bulat 150 mL yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik dan kondensor. Katalis CaAl_2O_4 sebanyak 3,5 % berat minyak yaitu 0,3115 gram ditambahkan metanol 4,032 gram diaduk 10 menit menggunakan stirer magnetik. Campuran katalis dan metanol ditambahkan minyak 8,9 gram yang sudah dipanaskan hingga suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ dengan perbandingan molar metanol:minyak yaitu 12:1 dalam labu alas bulat yang sudah terset dengan alat refluks. Campuran diaduk selama 3 jam dan dipanaskan sampai $65\text{ }^\circ\text{C}$ menggunakan penangas minyak. Hasil refluks kemudian dipisahkan menggunakan *centrifuge* dengan kecepatan 2500 rpm selama 25 menit. Kedua lapisan hasil sentrifus diekstraksi dengan air menggunakan corong pisah untuk mengetahui lapisan yang mengandung metil ester. Fasa yang mengandung metil ester hasil ekstraksi ditambahkan dengan MgSO_4 agar terbebas dari air. Metil ester yang diperoleh ditimbang beratnya sebagai data untuk menghitung % konversi metil ester. Proses yang sama dilakukan menggunakan katalis NaOH sebagai pembanding. NaOH yang digunakan sebanyak 1% berat minyak yaitu 0,089 gram dan perbandingan mol metanol : minyak sebesar 6 : 1. Minyak yang digunakan sebanyak 8,9 gram, sedangkan metanolnya 2,016 gram.

3.4.4 Analisa Data *Gas Chromatography – Mass Spectrometry* (GC-MS)

Sampel metil ester hasil percobaan dilakukan analisis GC-MS untuk mengetahui komposisi kandungan FAME. Hasil analisa GC-MS berupa data kromatogram dan spektrum massa. Berdasarkan data kromatogramnya dapat diketahui % area dan *retention time* dari puncak yang dihasilkan dan menentukan masing-masing senyawa metil ester dari data spektrum massa. % area yang besar menunjukkan kelimpahan senyawa yang terkandung dalam sampel metil ester cukup tinggi yang selanjutnya digunakan untuk mengetahui senyawa metil ester secara spesifik. Data spektrum massa sudah dilengkapi dengan pustaka acuan dengan SI (*Similarity Index*) berbeda-beda sehingga nama senyawa, rumus molekul, dan berat molekulnya dapat diketahui. SI yang tertinggi dipilih sebagai acuan karena memiliki kemiripan yang tinggi dengan senyawa yang dianalisa.

Semua puncak yang terbaca di kromatogram ditentukan nama asam lemak dan berat molekulnya untuk menghitung berat molekul trigliserida sehingga dapat diketahui berat molekul metil ester. Berat molekul metil ester yang sudah diketahui digunakan untuk menentukan berat teoritisnya. Berat metil ester hasil percobaan dan berat teoritisnya digunakan untuk menentukan % konversi metil ester menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Conversion (\%)} = \frac{(\text{berat metil ester yang diperoleh})}{(\text{berat teoritis})} \times 100 \%$$

(Umdu dan Seker, 2012).

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Variasi asam sitrat dan suhu kalsinasi berpengaruh terhadap fasa CaAl_2O_4 yang dihasilkan. Semakin besar variasi jumlah mol asam sitrat maka fasa CaAl_2O_4 semakin dominan dan pengotornya semakin sedikit. Begitupun pada suhu kalsinasi yang semakin besar maka semakin jelas karakter kristal CaAl_2O_4 .
2. Katalis yang disintesis dengan perbandingan mol (Ca^{2+} dan Al^{3+}) : asam sitrat = 1:3 mol yang dikalsinasi pada suhu 900 °C mampu mengkonversi minyak sawit menjadi biodiesel sebesar 33,78%.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian lebih lanjut dilakukan sintesis CaAl_2O_4 dengan variasi waktu kalsinasi pada suhu ≥ 900 °C untuk mengetahui pengaruh lama waktu kalsinasi terhadap fasa CaAl_2O_4 dan menentukan kristalinitasnya. Serta penggunaan ligan bidentat lain dengan karakter yang lebih rigid agar dihasilkan CaAl_2O_4 satu fasa seperti 1,4-benzenadiol dan asam para-ftalat (asam 1,4-benzenadikarboksilat). Selain itu, untuk meningkatkan aktivitas katalis CaAl_2O_4 bisa divariasikan dengan katalis basa atau dilakukan esterifikasi terlebih dahulu dengan katalis asam untuk meningkatkan *yield*. Serta dengan memperbesar luas permukaan katalis agar kontak dengan situs aktif katalis semakin banyak sehingga *yield* yang dihasilkan semakin meningkat.

DAFTAR PUSTAKA

- Aquino, A. J. A., D. Tunega, G. Haberhauer, M. H. Gerzabek, dan H. Lischka. 2001. A density-functional investigation of Aluminium(III)-citrate complexes. *Phys. Chem.* 3: 1979–1985.
- Agusta, A. 2000. *Minyak Atsiri Tumbuhan Tropika Indonesia*. Bandung: Penerbit ITB.
- Amish, V. P., N. Subrahmanyam, dan P. A. Payal. 2009. Production of biodiesel through transesterification of jatropha oil using $\text{KNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ solid catalyst. *Fuel*. 88: 625–628.
- Ariyanto, D. P. 2006. Ikatan antara asam organik tanah dengan logam. *Karya Ilmiah Pasca Sarjana Ilmu Tanah*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Avci, N., K. Korthout, M. A. Newton, P. F. Smet, dan D. Poelman. 2012. Valence states of europium in CaAl_2O_4 : Eu phosphors. *Opt Mater Express*. 2: 321–330.
- Bandyopadhyay, A., M. D. Sarkar, dan A. K. Bhowmick. 2005. Poly(vinyl alcohol)/silica hybrid nanocomposites by sol-gel technique: synthesis and properties. *Journal of Materials Science*. 40: 5233–5241.
- Basolo, F. dan Johnson, R. C. 1964. *Coordination Chemistry. The Chemistry of the Metal Complexes*. New York: W.A. Benjamin Inc.
- Benessere, V. M. E. Cucciolito, R. Esposito, M. Lega, R. Turco, dan F. Ruffo. 2016. A novel and robust homogeneous supported catalyst for biodiesel production. *Fuel*. 171: 1–4.
- Bharathiraja, B., M. Chakravarthy, R. R. Kumar, D. Yuvaraj, J. Jayamuthunagai, R. P. Kumar, S. Palani. Biodiesel production using chemical and biological methods – A review of process, catalyst, acyl acceptor, source and process variables. 2014. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 38: 368–382.

- BP Statistical Review of World Energy. 2017. *Konsumsi Energi Menurut Jenis 2016*. Indonesia: BP Statistical Review of World Energy.
- Brunschwig, C., W. Moussavou, dan J. Blim. 2012. Use of bioethanol for biodiesel production. *Progress in Energy and Combustion Science*. 38: 283–301.
- Chaberek, S. Dan A. E. Martell. 1959. *Organic Sequestering Agents*. New York: John Wiley & Sons.
- Chouhan, AP. 2011. Modern heterogenous catalyst for biodiesel production: a comprehensive review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 15: 4378–4399.
- Chullity, B. D. 2006. *Element of X-Ray Diffraction (XRD)*. Massachusetts: University of Nortre Dame.
- Denevre, O., J. Garbaye, dan B. Botton. 1996. Release of complexing organic acids by rhizosphere fungi as a factor in norway spruce yellowing in acidic soils. *Mycol. Res*. 100: 1367–1374.
- De Noronha, A. L. O., L. Guimaraes, dan H. A. Duarte. 2007. Structural and thermodynamic analysis of the first mononuclear aqueous aluminum citrate complex using dft calculations. *J. Chem. Theory Comput*. 3: 930–937.
- Eaton, D. C. 1989. *Laboratory Investigations In Organic Chemistry*. USA: McGraw-Hill, Inc.
- Effendy. 2007. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Francis, A. J., Dodge, C. J., dan Gillow, J. B. 1992. Biodegradation of metal citrate complexes and implications for toxic metal mobility. *Nature* 356: 140–142.

- Gaki, A. T. Perraki, G. Kakali. Wet chemical synthesis of monocalcium aluminate. 2007. *Journal of the European Ceramic Society*. 27: 1785–1789.
- Gates, B.C. 1992. *Catalytic Chemistry*. New York: John Willey and Sons Inc.
- Gunstone, F. D dan F. B Padley. 1997. *Lipids Technologies and Applications*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Hambali, E. 2006. *Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodiesel*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Hariyadi, Purwiyatno. 2014. *Mengenal Minyak Sawit dengan Beberapa Karakter Unggulnya*. Jakarta: GAPKI.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi: Fundamental dan Aplikasi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Istadi, I., D. D. Anggoro, L. Buchori, D. A. Rahmawati, dan D. Intaningrum. 2015. Active acid catalyst of sulphated zinc oxide for transesterification of soybean oil with methanol to biodiesel. *Proc Environ Sci*. 23: 385–393.
- Juliansyah, Ratnawulan, dan A. Fauzi. 2015. Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap struktur mineralgranit yang terdapat di nagari surian kecamatan pantai cermin kabupaten solok. *Pillar of Physics*. 6: 9-16.
- Kesic, Z., I. Lukic, M. Zdujic, L. Mojovic, D. Skala. 2016. Calcium oxide based catalysts for biodiesel production: a review. *Chem. Ind. Chem. Eng. Q*. 22 (4): 391–408.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Khaleel, A. dan R. M. Richard. 2001. *Nanoscale Materials in Chemistry*. John Wiley & Sons, Inc.

- Khan, K., J. Li, W. Zou, W. Xu, Y. Yang, dan W. Song. 2016. Low temperature synthesis of nano porous $12\text{CaO}\cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ powder by hydrothermal method. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater.* 31: 1201–1205.
- Kim, M., C. Maggio, S. O. Salley, dan N. K. Y. Simon. 2012. A new generation of zirconia supported metal oxide catalysts for converting low grade renewable feedstocks to biodiesel. *Bioresour Technol.* 118: 37–42.
- Komintarachat, C., dan S. Chuepeng. 2009. Solid acid catalyst for biodiesel production from waste used cooking oils. *Ind Eng Chem Res.* 48: 9350–9353.
- Konwar, L. 2013. Biodiesel production from acid oils using sulfonated carbon catalyst derived from oil-cake waste. *Journal of Molecular Catalysis.* 388–389: 167–176.
- Kraus, W. dan G. Nolze. 1999. *Software Power Cell for Windows Versi 2.3* Germany: Federal Institute for Material Research and Testing Berlin.
- Leofanti, G. G. T., M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, dan A. Zecchina. 1997. Catalyst characterization: applications. *Catalysis Today.* 34(3-4): 329–352.
- Lestari, Fatma. 2009. *Bahaya Kimia Sampling & Pengukuran Kontaminan Kimia di Udara.* Jakarta: EGC.
- Lotero, E., Y. Liu, D.E. Lopez, K. Suwannakarn, D. A. Bruce, dan J. G. Goodwin. 2005. *Synthesis of biodiesel via acid catalysis.* *Ind. Eng. Chem. Res.* 44(14): 5353–5363.
- Mangesh, K. G., D. K. Ajay, M. L. Charan, dan N. S. Narayan. 2006. Transesterification of karanja (*Pongamia pinnata*) oil by solid basic catalysts. *Eur J Lipid Sci Technol.* 108: 389–397.
- Martell, A. E. dan Calvin, M. 1952. *Chemistry of the Metal Chelate Compounds.* New York: PrenticeHall Inc.

- Meher, L. C., D. V. Sagar, S. N. Naik. 2006. Technical aspects of biodiesel production by transesterification – a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 10: 248–268.
- Moradi, G., M. Mohadesi, R. Rezaei, dan R. Moradi. 2015. Biodiesel production using CaO/ γ -Al₂O₃ catalyst synthesized by sol-gel method. *Can J Chem Eng*. 93: 1531–1538.
- Munier-Lamy, C. dan Berthelin, J. 1983. Formation of polyelectrolyte complexes with the major elements Fe and Al and the trace elements U and Cu during heterotrophic microbial leaching of rocks. *Geomicrobiol. J*. 5: 119–147.
- Nayebzadeh, H., N. Saghatoleslami, dan M. Tabasizadeh. 2016. Optimization of the activity of KOH/Calcium aluminate nanocatalyst for biodiesel production using response surface methodology. *J Taiwan Inst Chem Eng*. 68: 379–386.
- Ndalew, A.K., Y. Kiros, dan R. Zanzi. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass Bioenergy*. 35: 3787–809.
- Ningtyas, D. P., S. A. Budhiyanti, dan L. Sahubawa. 2013. Pengaruh katalis basa (NaOH) pada tahap reaksi transesterifikasi terhadap kualitas biofuel dari minyak tepung ikan sardin. *Jurnal Teknosains*. 2(2): 71–158.
- Nualpaeng, W., P. Tongprem, R. Keawmesri, N. Viriya-empikul, dan K. Faungnawakij. 2014. Gel-combusted Ca-based catalysts for methanolysis of palm oil. *Fuel*. 136: 240–243.
- Pasaribu, Nurhida. 2004. *Minyak Buah Kelapa Sawit*. Medan: Perpustakaan Universitas Sumatera Utara.
- Perry, C. Carole. 1996. *Sol-Gel Technology “The way forward for tomorrow’s material*. Nottingham–Trent Vriverivy.

- Ranjbar, Atiyeh dan M. Rezaei. 2014. Low temperature synthesis of nanocrystalline calcium aluminate compounds with surfactant-assisted precipitation method. *Advanced Powder Technology*. 25: 467–471.
- Raymond, L. A. 2002. *The Study of Igneous Sedimentary and Metamorphic Rocks 2nd Edition*. New York: McGraw-Hill.
- Richardson, J. T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.
- Rivas, M. J. M., A. H. D. Aza, dan P. Pena. 2005. Synthesis of CaAl_2O_4 from powders: particle size effect. *J Eur Ceram Soc*. 25: 3269–3279.
- Santoso, H., I. Kristianto, dan A. Setyadi. 2013. Pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur. *LPPM*. Bandung: Universitas Katolik Parahyangan.
- Sefthymaria, R. Nuryanto, dan Taslimah. Pengaruh variasi chelating agent terhadap karakteristik produk pada sintesis elektrolit padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dengan metode sol-gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 18(3): 79–84.
- Selyunina, L. A., L. N. Mishenina, K. P. Mashkova, dan Y. G. Slizhov. 2016. Sol-Gel synthesis and sorption properties of calcium monoaluminate. *Russian Journal of Applied Chemistry*. 89(3): 394–399.
- Setiawan, B. 2008. Peran asam humus sebagai pendesorpsi ion logam/radionuklida. *Prosiding Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta*. 22 Maret 2010.
- Silverstein, R. M. G. C. Bassler, dan T. C. Morrill. 1986. *Laboratory Investigation in Organic Chemistry*. Terjemahan oleh Hartono. *Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Sivasamy, A., K. Y. Cheah, P. Fornasiero, F. Kemausuor, S. Zinoviev, dan S. Miertus, S. 2009. Catalytic applications in the production of biodiesel from vegetable oils. *J. Chem. Sus. Chem*. 2: 278-300.

- Syarif, D. G. 2016. *Nanopartikel dan Nanofluida Perpindahan Panas: Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasi*. Jakarta: BATAN Press.
- Tamborini L. H., M. E. Casco, M. P. Militello, J. Silvestre-Albero, C. A. Barbero, dan D. F. Acevedo. 2016. Sulfonated porous carbon catalysts for biodiesel production: clear effect of the carbon particle size on the catalyst synthesis and properties. *Fuel Process Technol.* 149: 209–217.
- Umdu, E.S., dan E. Seker. 2012. Transesterification of sunflower oil on single step sol-gel made Al_2O_3 supported CaO catalysts: effect of basic strength and basicity on turnover frequency. *Bioresour Technol.* 106: 178–181.
- Vlack, L. H. V. 1991. *Elements of Materials Science and Engineering*. Terjemahan oleh S. Djaprie. *Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Bukan Logam)*. 1991. Ed.5, Cet.2. Jakarta: Erlangga.
- Wang, Y., H. Z. Jian, dan Y. H. Wen. 2001. *Synthesis and Characterization of Pottasium-Modified Alumina Superbases*. China: Nanjing University.
- Wen, Z., X. Yu, S. Tu, J. Yan, dan E. Dahlquist. 2010. Biodiesel production from waste cooking oil catalyzed by TiO_2 -MgO mixed oxides. *Bioresource Technology.* 101: 9570–9576.
- Wibowo, W. 2004. *Hand Out Kuliah Kapita Selekt Kimia Fisik III: Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Yan, S., H. Lu, dan B. Liang. 2007. Supported CaO catalysts used in the transesterificatio of rapeseed oil for the purpose of biodiesel production. *Energy Fuels.* 22: 646–651.
- Yao, J., P. Sun, L. Zhang, dan N. Xu. 2010. Low boiling point organaic amine-catalyzed transesterification of cottonsed oil to biodiesel with trace amount of KOH as Co-catalyst. *University of Tecnology Nanjing China*.
- Zabeti, M., W. M. A. W. Daud, M. K. Aroua. 2009. Optimization of the activity of $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ catalyst for biodiesel production using response surface methodology. *Applied Catalysis A: General.* 366: 154–159.

- Zappi, M., M. Hernandez, D. Sparks, J. Horne, M. Brough, S. M. Arora, dan W. D. Motsenbocker. 2003. A review of the engineering aspects of the biodiesel industry. *MSU E-TECH Laboratory Report ET-03-003*. Jackson, MS: Mississippi Biomass Council.
- Zawrah, M. F., A. A. El-Kheshen, dan H. M. Abd-El-Aal. 2009. Facile and economic synthesis of silica nanoparticals. *Journal of Ovonic Research*. 5(5): 129–133.
- Zawrah, M. F., A. B. Shehata, E. A. Kishar, dan R. N. Yamani. 2011. Synthesis, hydration and sintering of calcium aluminate nanopowder for advanced applications. *C. R. Chimie*. 14: 611–618.
- Zhang, Y., J. Chen, C. Xu, Y. Li, dan H. J. Seo. 2015. Photoluminescence and abnormal reduction of Eu^{3+} ions in $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$ nanophosphors calcined in air atmosphere. *Physica B: Condensed Matter*. 472: 6–10.

LAMPIRAN

Lampiran 3.4 Perhitungan Preparasi Bahan

3.4.1 Preparasi Katalis

A. Massa Asam Sitrat 3 mol, 6 mol, dan 9 mol

- Asam Sitrat 3 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 3 \text{ mol} \times 210,14 \text{ g/mol} \\ &= 630 \text{ gram} \end{aligned}$$

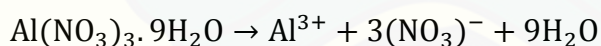
- Asam Sitrat 6 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 6 \text{ mol} \times 210,14 \text{ g/mol} \\ &= 1260 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Asam Sitrat 9 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 9 \text{ mol} \times 210,14 \text{ g/mol} \\ &= 1890 \text{ gram} \end{aligned}$$

B. Massa Aluminium Nitrat Nonahidrat untuk jumlah Aluminium 2 mol



$$\frac{n \text{ Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}{n \text{ Al}^{3+}} = \frac{1}{1}$$

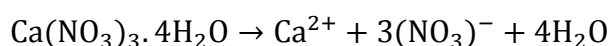
$$\frac{n \text{ Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}{2 \text{ mol Al}^{3+}} = \frac{1}{1}$$

$$n \text{ Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 2 \text{ mol}$$

$$\frac{\text{massa Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}} = 2 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{massa Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= 2 \text{ mol} \times \text{Mr Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \\ &= 2 \text{ mol} \times 375 \text{ g/mol} \\ &= 750 \text{ gram} \end{aligned}$$

C. Massa Kalsium Nitrat Tetrahidrat untuk jumlah Kalsium 1 mol



$$\frac{n \text{ Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{n \text{ Ca}^{2+}} = \frac{1}{1}$$

$$\frac{n \text{ Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol Ca}^{2+}} = \frac{1}{1}$$

$$n \text{ Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 1 \text{ mol}$$

$$\frac{\text{massa Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}} = 1 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{massa Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O} &= 1 \text{ mol} \times \text{Mr Ca(NO}_3)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 1 \text{ mol} \times 236 \text{ g/mol} \\ &= 236 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Massa Reaktan yang digunakan

Sampel	Al ³⁺ (mol)	Ca ²⁺ (mol)	C ₆ H ₈ O ₇ (mol)	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O (gram)	Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O (gram)	C ₆ H ₈ O ₇ ·H ₂ O (gram)
I (1:1)	2	1	3	750	236	630
II (1:2)	2	1	6	750	236	1260
III (1:3)	2	1	9	750	236	1890

Semua dibagi 200

Sampel	Al ³⁺ (mol)	Ca ²⁺ (mol)	C ₆ H ₈ O ₇ (mol)	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O (gram)	Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O (gram)	C ₆ H ₈ O ₇ ·H ₂ O (gram)
I (1:1)	0,010	0,005	0,015	3,75	1,18	3,15
II (1:2)	0,010	0,005	0,030	3,75	1,18	6,30
III (1:3)	0,010	0,005	0,045	3,75	1,18	9,45

3.4.3 Perhitungan Reaksi Transesterifikasi

A. Massa Minyak Goreng

$$V_{\text{minyak goreng}} = 10 \text{ mL}$$

$$\rho_{\text{minyak goreng}} = 0,89 \text{ g/mL}$$

$$\rho = \text{massa/volume}$$

$$\text{massa} = \rho \times \text{volume}$$

$$= 0,89 \text{ g/mL} \times 10 \text{ mL}$$

$$\text{massa} = 8,9 \text{ gram}$$

B. - Massa Katalis CaAl₂O₄ 3,5 % berat minyak

$$\text{massa} = \frac{3,5}{100} \times \text{massa minyak}$$

$$= \frac{3,5}{100} \times 8,9 \text{ gram}$$

$$= 0,31 \text{ gram}$$

- Massa Katalis NaOH 1 % berat minyak

$$\text{massa} = \frac{1}{100} \times \text{massa minyak}$$

$$= \frac{1}{100} \times 8,9 \text{ gram}$$

$$= 0,089 \text{ gram}$$

C. Mol Minyak Goreng

Asam Lemak	Berat Molekul (BM)	Komposisi	BM × Komposisi (gram/mol)
Asam Miristat	228 gram/mol	1,10%	2,508
Asam Palmitat	256 gram/mol	44%	112,64
Asam Stearat	284 gram/mol	4,50%	12,78
Asam Oleat	282 gram/mol	39,20%	110,544
Asam Laurat	200 gram/mol	0,20%	0,4
Asam Linoleat	280 gram/mol	10,10%	28,28
Asam Linolenat	278 gram/mol	0,40%	1,112
Asam Arakidonat	304 gram/mol	0,40%	1,216
Asam Palmitoleat	254 gram/mol	0,10%	0,254
Total			269,734 gram/mol

Berat Molekul Trigliserida :

$$= \text{Mr Gliserol} + (3 \times \text{BM Asam Lemak}) - (3 \times \text{Mr Air})$$

$$= 92 \text{ gram/mol} + (3 \times 269,734 \text{ gram/mol}) - (3 \times 18 \text{ gram/mol})$$

$$= 92 \text{ gram/mol} + 809,202 \text{ gram/mol} - 54 \text{ gram/mol}$$

$$= 847,202 \text{ gram/mol}$$

$$n \text{ minyak goreng} = \frac{\text{massa minyak goreng}}{\text{BM Trigliserida}}$$

$$= \frac{8,9 \text{ gram}}{847,202 \text{ gram/mol}}$$

$$= 0,0105 \text{ mol}$$

D. - Mol Metanol dengan perbandingan mol metanol : mol minyak adalah 12 : 1

$$\frac{n \text{ metanol}}{n \text{ minyak}} = \frac{12}{1}$$

$$\frac{n \text{ metanol}}{0,0105 \text{ mol}} = \frac{12}{1}$$

$$\begin{aligned} n \text{ metanol} &= 12 \times 0,0105 \text{ mol} \\ &= 0,126 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Mol Metanol dengan perbandingan mol metanol : mol minyak adalah 6 : 1

$$\frac{n \text{ metanol}}{n \text{ minyak}} = \frac{6}{1}$$

$$\frac{n \text{ metanol}}{0,0105 \text{ mol}} = \frac{6}{1}$$

$$\begin{aligned} n \text{ metanol} &= 6 \times 0,0105 \text{ mol} \\ &= 0,063 \text{ mol} \end{aligned}$$

E. - Massa Metanol (Katalis CaAl_2O_4)

$$n = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\begin{aligned} \text{massa} &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,126 \text{ mol} \times 32 \text{ gram/mol} \\ &= 4,032 \text{ gram} \end{aligned}$$

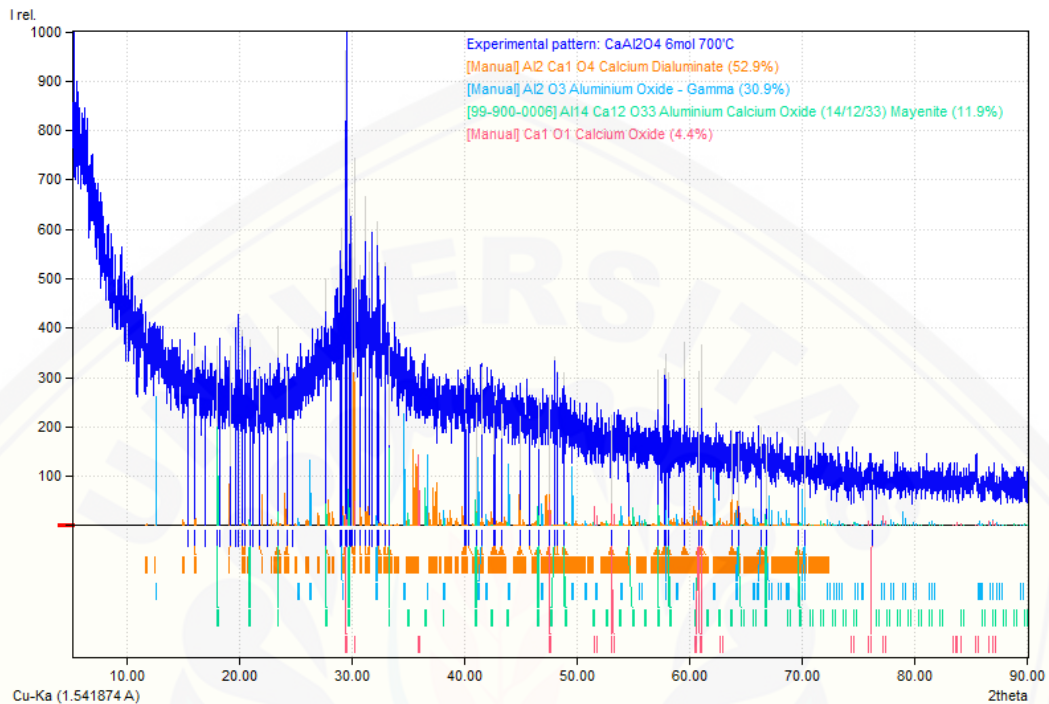
- Massa Metanol (Katalis NaOH)

$$n = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\begin{aligned} \text{massa} &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,063 \text{ mol} \times 32 \text{ gram/mol} \\ &= 2,016 \text{ gram} \end{aligned}$$

Lampiran 4.1. Hasil XRD Serbuk CaAl_2O_4 yang Diolah dengan Program *FindIt* dan *Match*

4.1.1 Variasi asam sitrat 6 mol pada suhu 700 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	52.9	Calcium Dialuminate	$\text{Al}_2\text{Ca}_1\text{O}_4$
B	30.9	Aluminium Oxide - Gamma	Al_2O_3
C	11.9	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	$\text{Al}_{14}\text{Ca}_{12}\text{O}_{33}$
D	4.4	Calcium Oxide	Ca_1O_1
	14.5	Unidentified peak area	

Integrated Profile Areas

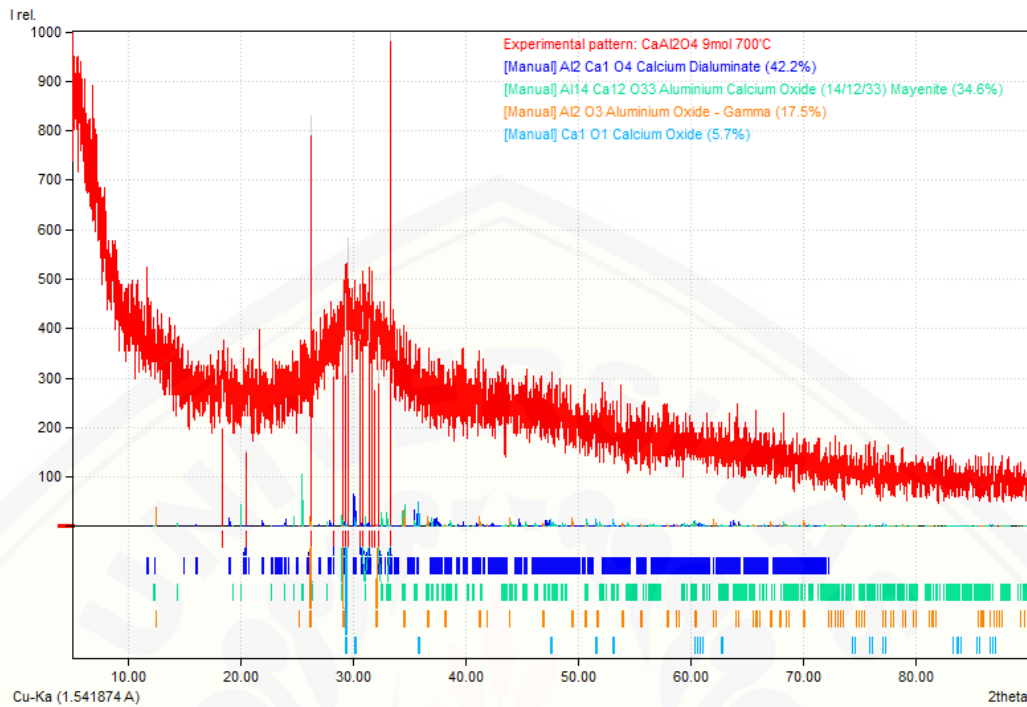
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	346108	100.00%
Background radiation	291480	84.22%
Diffraction peaks	54628	15.78%
Peak area belonging to selected phases	4579	1.32%
Peak area of phase A (Calcium Dialuminate)	2654	0.77%
Peak area of phase B (Aluminium Oxide - Gamma)	1144	0.33%
Peak area of phase C (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	548	0.16%
Peak area of phase D (Calcium Oxide)	233	0.07%
Unidentified peak area	50049	14.46%

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	15.30	5.7894	349.38	0.0668	
2	15.98	5.5467	363.21	0.0668	A
3	16.91	5.2437	364.14	0.1003	
4	17.90	4.9546	363.73	0.0334	C
5	18.24	4.8631	378.96	0.0334	
6	19.08	4.6523	362.39	0.0334	A
7	19.64	4.5211	402.02	0.0334	
8	19.87	4.4687	427.39	0.0668	
9	20.23	4.3894	394.73	0.0668	A
10	20.42	4.3496	363.70	0.1003	A
11	20.87	4.2565	377.73	0.0334	C
12	21.14	4.2033	215.89	0.1003	
13	21.71	4.0928	316.80	0.0334	A
14	22.39	3.9705	271.33	0.0334	
15	23.36	3.8084	402.33	0.0334	A,C
16	24.18	3.6803	312.97	0.0334	A
17	24.60	3.6188	231.44	0.0668	
18	27.54	3.2386	500.57	0.0334	A,C
19	28.87	3.0929	556.46	0.2005	
20	29.03	3.0755	602.81	0.1671	A,B
21	29.35	3.0431	960.99	0.0668	A,D
22	29.52	3.0259	1000.00	0.1003	
23	29.69	3.0094	661.97	0.0668	C
24	29.80	2.9981	627.02	0.0334	
25	30.01	2.9782	571.13	0.1003	A
26	30.17	2.9625	743.87	0.0334	A
27	30.69	2.9134	526.11	0.0334	A
28	31.09	2.8763	665.22	0.0334	A
29	31.52	2.8381	553.13	0.1003	A
30	31.73	2.8201	593.01	0.1003	
31	32.14	2.7853	615.72	0.0334	B
32	32.30	2.7718	531.34	0.0668	A
33	32.86	2.7259	532.31	0.1671	A
34	33.25	2.6942	362.69	0.0334	A,C
35	39.95	2.2570	297.34	0.0668	A
36	40.06	2.2510	200.20	0.0668	A
37	40.36	2.2347	311.80	0.0334	A
38	41.06	2.1984	246.86	0.0334	A,B,C
39	41.48	2.1772	320.60	0.0334	A,B
40	42.53	2.1257	227.02	0.0334	A
41	42.69	2.1181	261.56	0.0668	A
42	43.28	2.0906	245.85	0.0668	A
43	44.87	2.0199	221.05	0.0334	A
44	45.69	1.9856	221.94	0.0668	A
45	46.52	1.9522	255.92	0.0668	A,C
46	47.50	1.9143	262.99	0.0334	A,C,D
47	48.02	1.8947	342.88	0.0334	A,C
48	48.24	1.8865	312.95	0.1003	A
49	48.84	1.8648	309.08	0.0334	A,C
50	53.02	1.7270	222.92	0.0334	A,D
51	54.59	1.6812	177.79	0.0668	A,C
52	57.11	1.6128	313.84	0.0334	A,C
53	57.68	1.5982	318.06	0.0668	A
54	57.89	1.5930	346.08	0.0334	A,B
55	58.08	1.5881	308.95	0.0668	A,B,C
56	59.53	1.5528	370.94	0.1003	A
57	60.82	1.5230	311.54	0.1003	A,C,D
58	61.07	1.5173	366.48	0.0668	A,D
59	63.77	1.4596	193.07	0.0334	A
60	64.32	1.4484	185.82	0.0334	A,B,C
61	66.31	1.4097	198.30	0.1003	A,B
62	66.85	1.3996	162.37	0.0668	A,B,C
63	69.63	1.3504	195.88	0.0334	A,C
64	70.22	1.3404	187.92	0.0334	A,B
65	76.22	1.2491	109.52	0.0668	D

4.1.2 Variasi asam sitrat 9 mol pada suhu 700 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	42.2	Calcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₁ O ₄
B	34.6	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	Al ₁₄ Ca ₁₂ O ₃₃
C	17.5	Aluminium Oxide - Gamma	Al ₂ O ₃
D	5.7	Calcium Oxide	Ca ₁ O ₁
	14.4	Unidentified peak area	

Integrated Profile Areas

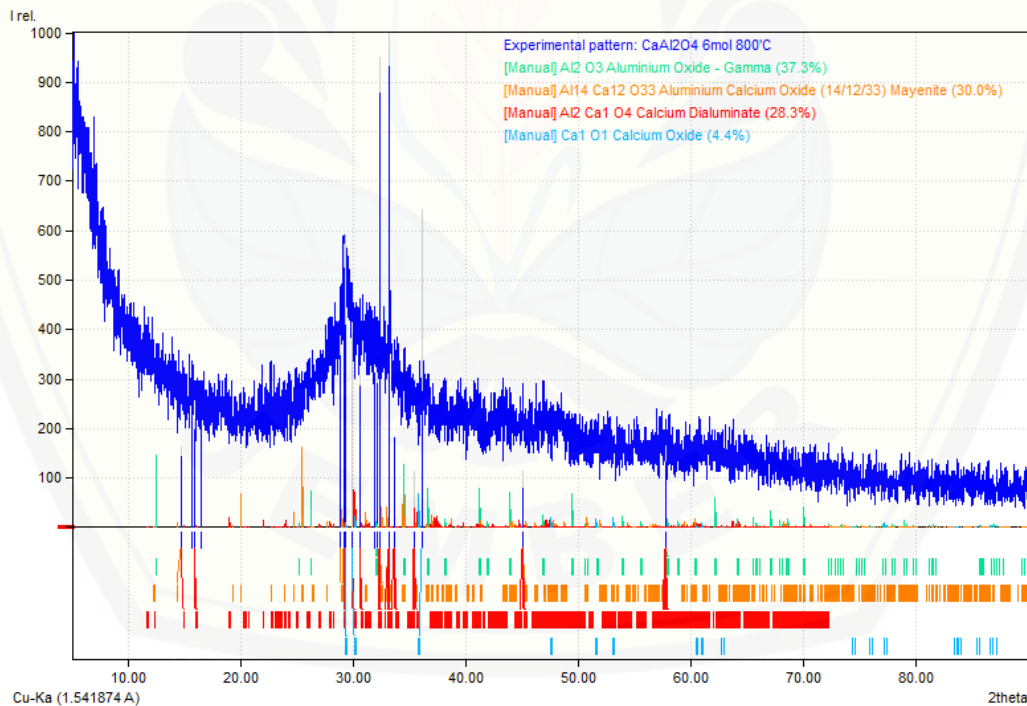
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	326162	100.00%
Background radiation	271934	83.37%
Diffraction peaks	54227	16.63%
Peak area belonging to selected phases	7353	2.25%
Peak area of phase A (Calcium Dialuminate)	3256	1.00%
Peak area of phase B (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	2550	0.78%
Peak area of phase C (Aluminium Oxide - Gamma)	1003	0.31%
Peak area of phase D (Calcium Oxide)	545	0.17%
Unidentified peak area	46874	14.37%

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	18.33	4.8412	197.73	0.1337	
2	20.44	4.3446	154.13	0.1337	A
3	26.24	3.3965	829.35	0.0334	A,B,C
4	28.28	3.1562	313.19	0.1003	A
5	29.12	3.0671	498.68	0.0668	A,B,C
6	29.35	3.0430	469.94	0.9692	A,D
7	29.50	3.0275	582.03	0.4345	D
8	30.61	2.9209	388.72	0.4679	A
9	30.84	2.8991	432.30	0.0668	A,B
10	31.40	2.8490	419.37	0.0668	A,B
11	31.68	2.8240	421.43	0.0668	
12	31.84	2.8105	275.11	0.1337	
13	32.27	2.7738	329.28	0.2005	A,B,C
14	33.31	2.6901	1000.00	0.0334	A,B

4.1.3 Variasi asam sitrat 6 mol pada suhu 800 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	37.3	Aluminium Oxide - Gamma	Al2 O3
B	30.0	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	Al4 Ca12 O33
C	28.3	Calcium Dialuminate	Al2 Ca1 O4
D	4.4	Calcium Oxide	Ca1 O1
	14.7	Unidentified peak area	

Integrated Profile Areas

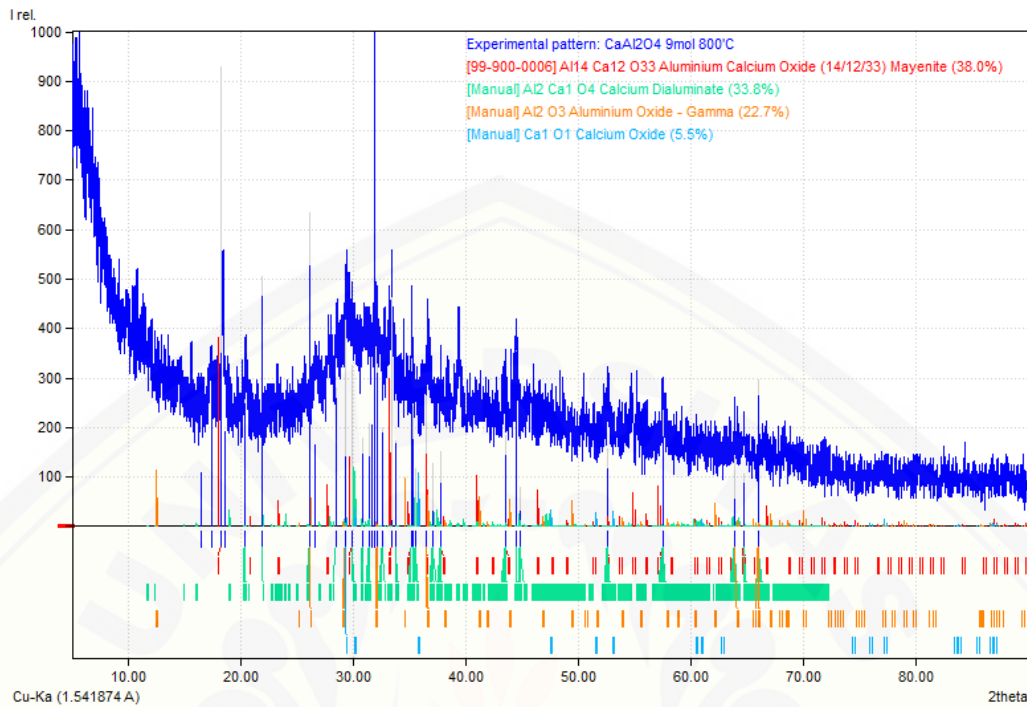
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	321169	100.00%
Background radiation	264116	82.24%
Diffraction peaks	57053	17.76%
Peak area belonging to selected phases	9724	3.03%
Peak area of phase A (Aluminium Oxide - Gamma)	3138	0.98%
Peak area of phase B (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	2991	0.93%
Peak area of phase C (Calcium Dialuminate)	3045	0.95%
Peak area of phase D (Calcium Oxide)	551	0.17%
Unidentified peak area	47328	14.74%

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	14.65	6.0459	162.63	0.1003	B,C
2	15.66	5.6572	270.54	0.1003	
3	15.89	5.5784	217.25	0.1671	C
4	16.48	5.3787	173.60	0.1003	
5	28.86	3.0934	387.60	0.0668	B
6	29.14	3.0649	571.74	0.1671	AB,C
7	29.32	3.0461	591.07	0.5347	C,D
8	29.89	2.9895	392.12	0.1337	C,D
9	30.56	2.9256	308.03	0.0668	C
10	31.90	2.8053	311.67	0.0668	
11	32.08	2.7900	311.67	0.0668	A
12	32.36	2.7668	950.77	0.1671	B,C
13	33.18	2.7004	1000.00	0.1671	B,C
14	33.63	2.6649	184.72	0.1003	C
15	35.42	2.5341	114.26	0.1337	C
16	36.17	2.4836	642.47	0.0668	D
17	45.08	2.0114	114.60	0.1337	B,C
18	57.77	1.5959	163.78	0.1337	A,C

4.1.4 Variasi asam sitrat 9 mol pada suhu 800 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	38.0	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	Al ₁₄ Ca ₁₂ O ₃₃
B	33.8	Calcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₁ O ₄
C	22.7	Aluminium Oxide - Gamma	Al ₂ O ₃
D	5.5	Calcium Oxide	Ca ₁ O ₁
	14.2	Unidentified peak area	

Integrated Profile Areas

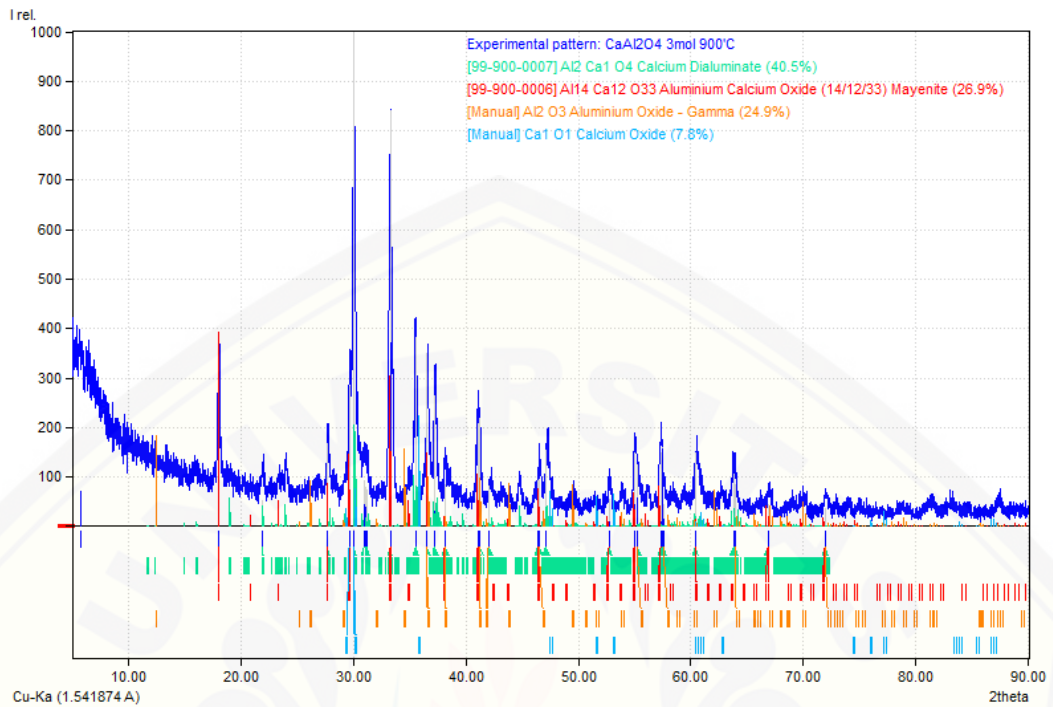
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	314280	100.00%
Background radiation	260361	82.84%
Diffraction peaks	53918	17.16%
Peak area belonging to selected phases	9292	2.96%
Peak area of phase A (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	3719	1.18%
Peak area of phase B (Calcium Dialuminate)	3435	1.09%
Peak area of phase C (Aluminium Oxide - Gamma)	1517	0.48%
Peak area of phase D (Calcium Oxide)	622	0.20%
Unidentified peak area	44626	14.20%

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	16.49	5.3771	107.82	0.1337	
2	17.39	5.0999	224.89	0.2005	
3	18.29	4.8495	928.19	0.2339	A
4	18.63	4.7640	192.05	0.1337	
5	20.38	4.3570	256.60	0.2005	B
6	21.85	4.0671	506.38	0.0334	B
7	26.13	3.4102	633.27	0.0668	B,C
8	26.61	3.3495	164.06	0.1003	
9	28.46	3.1360	278.90	0.0668	B
10	29.33	3.0455	418.12	0.1003	B,C,D
11	29.88	2.9905	325.82	0.1003	A,B
12	30.78	2.9053	177.07	0.2339	B
13	31.41	2.8483	206.71	0.1337	B
14	31.63	2.8292	205.20	0.1671	
15	31.83	2.8115	1000.00	0.1671	
16	32.07	2.7912	328.33	0.0668	B,C
17	32.64	2.7435	200.87	0.1671	B
18	33.42	2.6816	462.31	0.2005	A
19	33.75	2.6557	173.91	0.0668	B
20	35.18	2.5507	340.04	0.0334	A,B
21	35.31	2.5423	242.45	0.0668	B
22	35.49	2.5292	116.19	0.1003	B
23	36.53	2.4598	264.55	0.1671	A,C
24	37.07	2.4254	128.51	0.2005	B
25	37.75	2.3829	150.73	0.1337	A,B
26	43.48	2.0815	183.80	0.1337	A,B
27	44.49	2.0365	356.08	0.1671	B
28	44.88	2.0198	79.10	0.1337	B
29	52.58	1.7407	157.93	0.0668	A,B
30	57.48	1.6033	235.33	0.1671	A,B
31	63.86	1.4576	141.77	0.0668	B,C
32	64.73	1.4403	104.98	0.1671	A,B
33	66.05	1.4145	296.57	0.0334	A,B,C

4.1.5 Variasi asam sitrat 3 mol pada suhu 900 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	40.5	Calcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₁ O ₄
B	26.9	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	Al ₁₄ Ca ₁₂ O ₃₃
C	24.9	Aluminium Oxide - Gamma	Al ₂ O ₃
D	7.8	Calcium Oxide	Ca ₁ O ₁
	11.2	Unidentified peak area	

Integrated Profile Areas

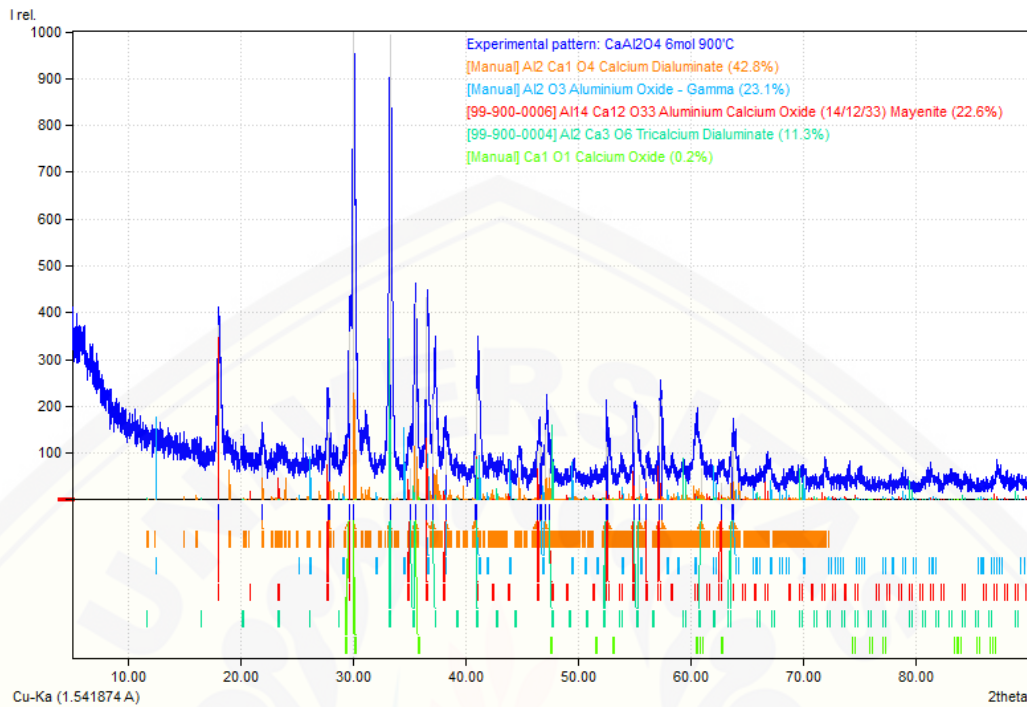
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	299541	100.00%
Background radiation	196920	65.74%
Diffraction peaks	102620	34.26%
Peak area belonging to selected phases	69080	23.06%
Peak area of phase A (Calcium Dialuminate)	33296	11.12%
Peak area of phase B (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	21022	7.02%
Peak area of phase C (Aluminium Oxide - Gamma)	10065	3.36%
Peak area of phase D (Calcium Oxide)	4697	1.57%
Unidentified peak area	33540	11.20%

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	5.73	15.4276	70.24	0.1337	
2	18.04	4.9181	299.44	0.2005	B
3	21.96	4.0477	51.88	0.1671	A
4	27.69	3.2215	168.88	0.1003	AB
5	29.69	3.0088	282.06	0.2339	B,D
6	30.06	2.9730	1000.00	0.2339	A,D
7	30.99	2.8861	91.92	0.4345	A
8	31.13	2.8729	78.15	0.2674	A
9	31.25	2.8623	73.08	0.0668	A
10	33.29	2.6913	840.76	0.2674	AB
11	35.52	2.5275	382.10	0.2005	A
12	36.55	2.4586	350.22	0.2674	AB,C
13	37.27	2.4128	264.90	0.2005	A
14	38.16	2.3585	84.67	0.1671	AB,C
15	41.08	2.1973	207.19	0.2339	AB
16	41.24	2.1889	218.20	0.1671	AC
17	42.10	2.1466	82.80	0.0668	AC
18	46.39	1.9574	91.96	0.1671	AB
19	46.56	1.9504	94.51	0.1671	AB,C
20	47.16	1.9272	154.91	0.2005	A
21	52.74	1.7358	53.76	0.2005	AB
22	54.98	1.6702	150.00	0.2005	B
23	55.28	1.6618	123.83	0.2005	AC
24	57.35	1.6066	147.53	0.2674	AB
25	57.45	1.6040	160.63	0.1003	A
26	57.59	1.6006	44.62	0.2005	AC
27	60.46	1.5312	149.26	0.2339	AB
28	63.79	1.4591	104.94	0.3008	A
29	63.96	1.4557	85.30	0.2005	AC
30	66.87	1.3991	43.15	0.1671	AB
31	71.96	1.3122	35.18	0.2674	AB,C

4.1.6 Variasi asam sitrat 6 mol pada suhu 900 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	42.8	Calcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₁ O ₄
B	23.1	Aluminium Oxide - Gamma	Al ₂ O ₃
C	22.6	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	Al ₁₄ Ca ₁₂ O ₃₃
D	11.3	Tricalcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₃ O ₆
E	0.2	Calcium Oxide	Ca ₁ O ₁
	8.5	Unidentified peak area	

Integrated Profile Areas

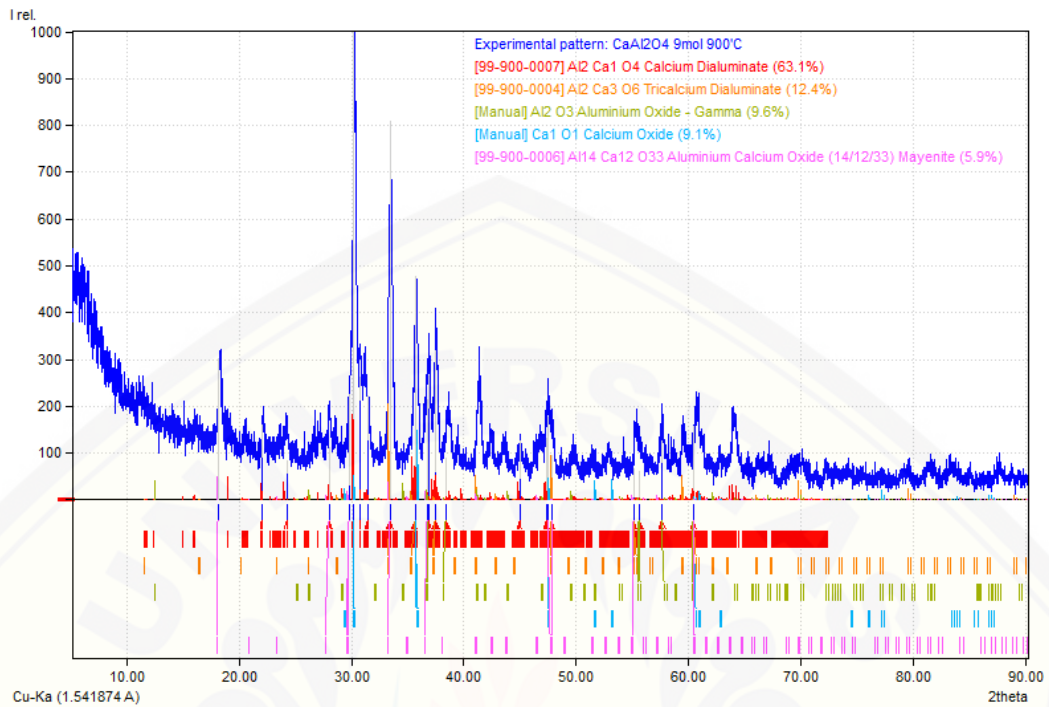
Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	326481	100.00%
Background radiation	214394	65.67%
Diffraction peaks	112086	34.33%
Peak area belonging to selected phases	84474	25.87%
Peak area of phase A (Calcium Dialuminate)	40785	12.49%
Peak area of phase B (Aluminium Oxide - Gamma)	10010	3.07%
Peak area of phase C (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	23496	7.20%
Peak area of phase D (Tricalcium Dialuminate)	9962	3.05%
Peak area of phase E (Calcium Oxide)	220	0.07%
Unidentified peak area	27613	8.46%

Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I₀	FWHM	Matched
1	18.03	4.9193	373.04	0.2674	C
2	21.91	4.0560	79.85	0.1671	A
3	27.72	3.2180	142.07	0.1671	C
4	27.87	3.2017	197.99	0.1337	A
5	29.60	3.0176	357.62	0.1671	A,C,E
6	29.99	2.9798	1000.00	0.2674	A,E
7	33.27	2.6927	992.06	0.3008	A,C,D
8	35.11	2.5563	65.61	0.4345	C,D
9	35.53	2.5268	419.66	0.2674	A,D,E
10	36.54	2.4593	431.79	0.2674	AB,C
11	37.11	2.4229	213.67	0.2005	AD
12	38.20	2.3558	102.54	0.2674	AB,C
13	40.78	2.2126	94.19	0.1337	A
14	40.97	2.2031	235.93	0.1337	B,C,D
15	46.33	1.9598	103.33	0.1003	A,C
16	46.57	1.9503	114.02	0.2005	A,C
17	46.73	1.9439	113.25	0.0668	AB
18	47.08	1.9302	148.42	0.2339	AB
19	47.47	1.9154	67.86	0.1671	C,D
20	52.51	1.7426	123.24	0.0668	A,C,D
21	52.65	1.7383	111.39	0.1337	A,C
22	54.95	1.6709	193.70	0.1671	A,C,D
23	55.49	1.6560	53.61	0.1671	AD
24	56.07	1.6402	77.44	0.1337	AC
25	57.24	1.6094	210.18	0.1337	AC
26	57.44	1.6043	213.10	0.1337	A
27	60.92	1.5207	65.39	0.2005	AD
28	62.68	1.4823	35.85	0.2005	A,C
29	63.63	1.4625	112.37	0.1337	AD
30	63.80	1.4589	103.04	0.4679	AB

4.1.7 Variasi asam sitrat 9 mol pada suhu 900 °C



Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	63.1	Calcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₁ O ₄
B	12.4	Tricalcium Dialuminate	Al ₂ Ca ₃ O ₆
C	9.6	Aluminium Oxide - Gamma	Al ₂ O ₃
D	9.1	Calcium Oxide	Ca ₁ O ₁
E	5.9	Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite	Al ₁₄ Ca ₁₂ O ₃₃
	14.6	Unidentified peak area	

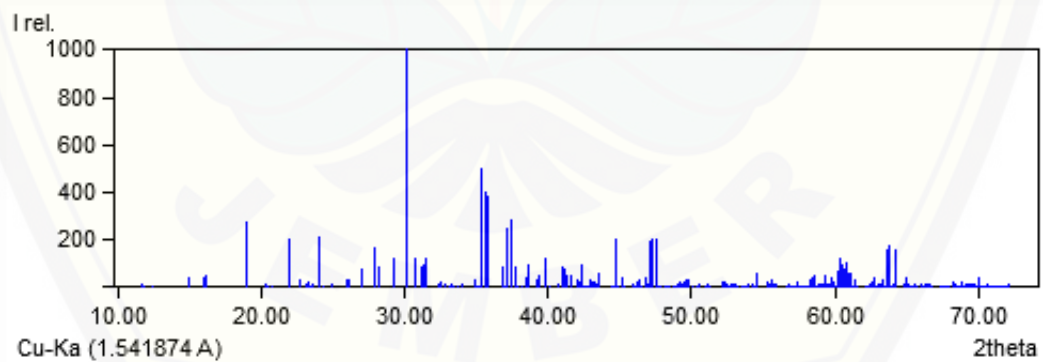
Integrated Profile Areas

Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	301109	100.00%
Background radiation	217826	72.34%
Diffraction peaks	83283	27.66%
Peak area belonging to selected phases	39218	13.02%
Peak area of phase A (Calcium Dialuminate)	25430	8.45%
Peak area of phase B (Tricalcium Dialuminate)	5031	1.67%
Peak area of phase C (Aluminium Oxide - Gamma)	2412	0.80%
Peak area of phase D (Calcium Oxide)	4348	1.44%
Peak area of phase E (Aluminium Calcium Oxide (14/12/33) Mayenite)	1998	0.66%
Unidentified peak area	44065	14.63%

Peak List

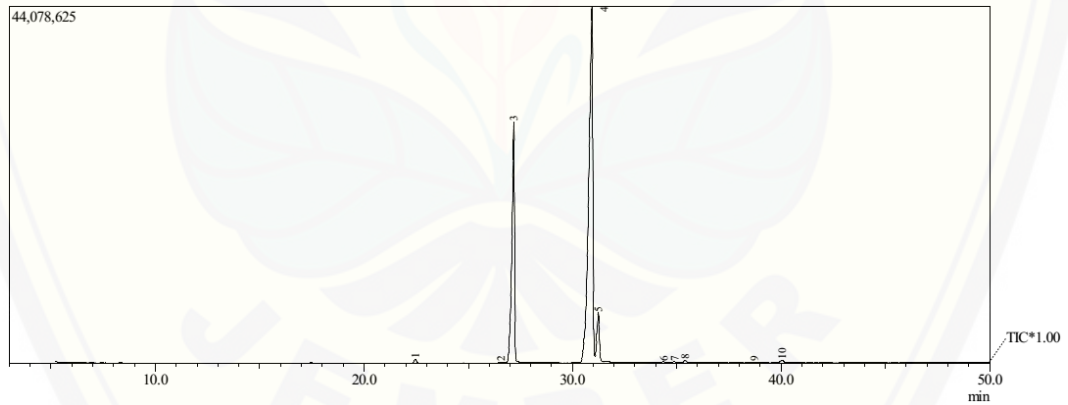
No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM	Matched
1	18.19	4.8761	303.11	0.1671	E
2	22.04	4.0336	159.78	0.0668	A
3	24.31	3.6613	83.05	0.1671	A
4	28.03	3.1838	111.82	0.2005	A,E
5	29.77	3.0008	223.86	0.1337	E
6	30.21	2.9586	1000.00	0.3008	A,D
7	30.76	2.9064	263.12	0.4010	A
8	31.51	2.8391	221.62	0.1337	A
9	33.43	2.6802	808.42	0.3342	A,B,E
10	35.67	2.5170	476.71	0.2005	A,B,D
11	36.76	2.4451	215.25	0.2674	A,C,E
12	36.88	2.4373	263.66	0.3008	A
13	37.52	2.3970	319.15	0.2674	A,B
14	38.47	2.3401	88.83	0.1671	A,C
15	44.95	2.0168	125.82	0.1003	A
16	47.35	1.9199	131.71	0.2674	A
17	47.49	1.9144	176.09	0.2674	A,D,E
18	47.85	1.9010	96.01	0.2005	A,B,E
19	55.18	1.6646	65.61	0.1337	A,B,E
20	55.60	1.6531	60.53	0.2339	A,C
21	57.62	1.5996	125.97	0.1671	A,C
22	60.47	1.5310	157.72	0.1671	A,B,C,D,E

4.1.8 Standar CaAl_2O_4 ICSD 159925 nomor 99-900-0007

2theta [deg]	Int.	d [Angstrom]	Int.
26.972	78.1	3.3058	78.1
26.998	68.5	3.3026	68.5
27.857	40.4	3.2028	40.4
27.908	170.4	3.1970	170.4
28.218	88.2	3.1626	88.2
29.189	125.5	3.0595	125.5
29.263	14.4	3.0520	14.4
30.050	955.4	2.9738	955.4
30.086	1000.0	2.9704	1000.0
30.174	933.6	2.9619	933.6
30.743	117.4	2.9083	117.4
30.767	27.4	2.9062	27.4
31.121	87.3	2.8738	87.3
31.179	29.5	2.8686	29.5
31.207	13.4	2.8661	13.4
31.300	91.7	2.8579	91.7
31.407	122.4	2.8483	122.4

Lampiran 4.2 GC-MS Metil Ester

4.2.1 Kromatogram Metil Ester



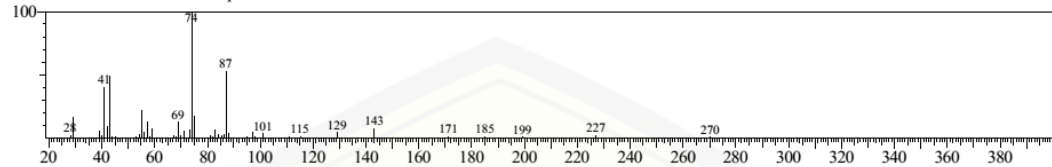
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	22.465	22.275	26.258	3889610	0.41	518094
2	26.574	26.258	26.792	1274167	0.13	102445
3	27.184	26.792	30.333	276744988	28.82	29760486
4	30.931	30.333	31.083	602514049	62.74	44027343
5	31.232	31.083	49.875	63360752	6.60	6213815
6	34.385	34.175	34.550	1261472	0.13	103769
7	34.898	34.700	35.033	1576306	0.16	146494
8	35.409	35.242	35.642	2952805	0.31	307538
9	38.720	38.575	39.000	1403734	0.15	96744
10	40.058	39.692	40.483	5282755	0.55	352049
				960260638	100.00	81628777

4.2.2 Spektrum Massa Metil Ester

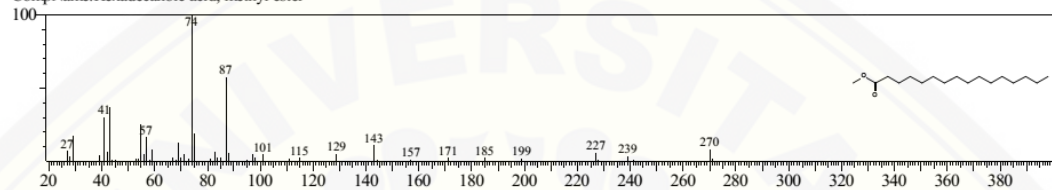
a. m/z metil heksadekanoat (metil palmitat)

<< Target >>

Line#:3 R.Time:27.183(Scan#:2639) MassPeaks:45
 RawMode:Averaged 27.175-27.192(2638-2640) BasePeak:74.05(6193643)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



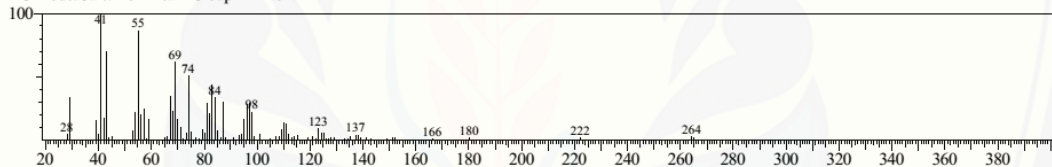
Hit#:1 Entry:9769 Library:NIST12.LIB
 SI:95 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester



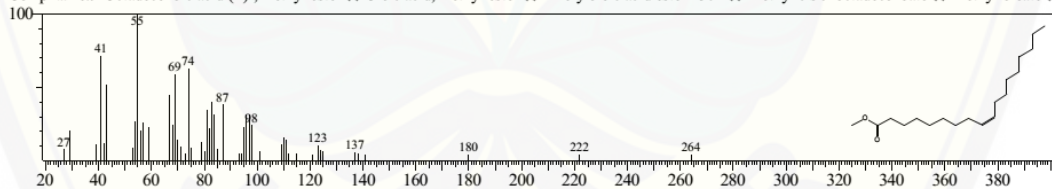
b. m/z metil cis-9-oktadekanoat (metil oleat)

<< Target >>

Line#:4 R.Time:30.933(Scan#:3089) MassPeaks:92
 RawMode:Averaged 30.925-30.942(3088-3090) BasePeak:41.05(3762779)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:42154 Library:NIST62.LIB
 SI:94 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester SS Oleic acid, methyl ester SS Emery oleic ester 2301 SS Methyl cis-9-octadecenoate SS Methyl oleate SS



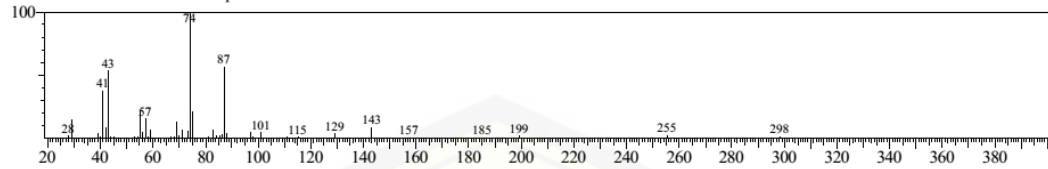
c. m/z metil oktadekanoat (metil stearat)

<< Target >>

Line#:5 R.Time:31.233(Scan#:3125) MassPeaks:44

RawMode:Averaged 31.225-31.242(3124-3126) BasePeak:74.05(1126457)

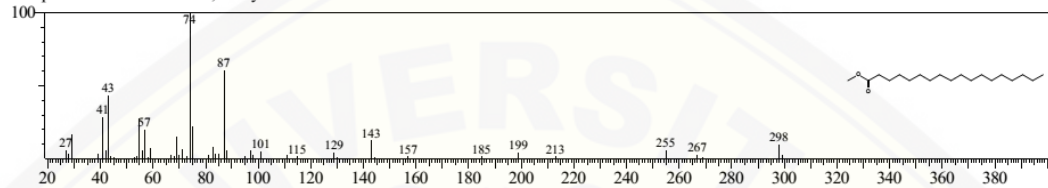
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:10480 Library:NIST12.LIB

SI:95 Formula:C19H38O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0

CompName:Octadecanoic acid, methyl ester



4.2.3 Perhitungan % Konversi Metil Ester

Asam Lemak	Berat Molekul (BM)	% Area	BM × % Area (gram/mol)
Asam Kaprat	172 gram/mol	0,41	0,7052
Asam Palmitoleat	254 gram/mol	0,13	0,3302
Asam Palmitat	256 gram/mol	28,82	73,779
Asam Oleat	282 gram/mol	62,74	176,93
Asam Stearat	284 gram/mol	6,60	18,744
Asam Oleat	282 gram/mol	0,16	0,4512
Asam Liknoserat	368 gram/mol	0,31	1,1408
Total		99,17	272,08

- Berat Molekul Trigliserida :

$$\begin{aligned}
 &= \text{Mr Gliserol} + (3 \times \text{BM Asam Lemak}) - (3 \times \text{Mr Air}) \\
 &= 92 \text{ gram/mol} + (3 \times 272,08 \text{ gram/mol}) - (3 \times 18 \text{ gram/mol}) \\
 &= 92 \text{ gram/mol} + 816,24 \text{ gram/mol} - 54 \text{ gram/mol} \\
 &= 854,24 \text{ gram/mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 - \text{ n minyak goreng} &= \frac{\text{massa minyak goreng}}{\text{BM Trigliserida}} \\
 &= \frac{8,9 \text{ gram}}{854,24 \text{ gram/mol}} \\
 &= 0,0104 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

- Berat molekul metil ester = BM Asam Lemak + BM CH₂
 = 272,08 gram/mol + 14 gram/mol
 = 286,08 gram/mol
- Berat Teoritis = (3 × mol minyak) × BM metil ester
 = (3 × 0,0104 mol) × 286,08 gram/mol
 = 8,926 gram
- Berat ME hasil percobaan :

Katalis	U1 (gram)	U2 (gram)	U3 (gram)	Rata-rata Berat ME	Standar Deviasi
	Berat ME	Berat ME	Berat ME		
CaAl ₂ O ₄	3,0119	2,9640	3,0703	3,0154	0,0532
NaOH	7,0921	7,2033	7,1412	7,1455	0,0557

- Konversi Metil Ester (CaAl₂O₄) :

$$\begin{aligned}
 C_{ME} &= \frac{\text{rata - rata berat ME}}{\text{berat teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{3,0154}{8,926} \times 100 \% \\
 &= 33,78 \%
 \end{aligned}$$

- Konversi Metil Ester (NaOH) :

$$\begin{aligned}
 C_{ME} &= \frac{\text{rata - rata berat ME}}{\text{berat teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{7,1455}{8,926} \times 100 \% \\
 &= 80,05 \%
 \end{aligned}$$