

## PROSES TRANSESTERIFIKASI LIMBAH MINYAK GORENG BEKAS MENGUNAKAN KATALIS CAO DARI LIMBAH CANGKANG BEKICOT (*ACHATINA FULICA*)

Edi Kurniawan<sup>1,\*</sup>, Fitra Perdana<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Pendidikan Kimia Universitas Islam Kuantan Singingi, Jln. Gatot Subroto KM 7  
Kebun Nenas Telukkuantan Riau, Indonesia

<sup>2</sup>Program Studi Kimia FMIPA Universitas Muhammadiyah, Kota Pekanbaru, Riau, Indonesia

\*Email: edi.kurniawan@grad.unri.ac.id

### Abstrak

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi yang dipergunakan untuk produksi biodiesel. CaO diperlukan sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi. Pada penelitian ini, katalis CaO dihasilkan dari kalsinasi limbah cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam. Kalsinasi pada suhu tinggi digunakan untuk merubah senyawa  $\text{CaCO}_3$  menjadi senyawa CaO. Produksi biodiesel menggunakan katalis CaO dilakukan pada rasio mol minyak: metanol 1:6, 3 g berat katalis, suhu reaksi 60 °C, waktu reaksi 3.5 jam dan kecepatan 250 rpm dengan hasil biodiesel yang diperoleh terdiri dari 100% metil ester.

### Abstract

The transesterification reaction is a reaction used for biodiesel production. CaO is needed as a catalyst for the transesterification reaction. In this study, the CaO catalyst was produced from calcining the shell of the Snail (*Achatina fulica*) at a temperature of 900 °C for 10 hours. Calcination at high temperature is used to convert  $\text{CaCO}_3$  compounds into CaO compounds. Biodiesel production using CaO catalyst on the mole ratio of oil: methanol 1:6, the reaction time of 3.5 hours, 3 g weight of catalyst, the reaction temperature at 60 °C, and stirring speed of 250 rpm with biodiesel results obtained at 100% metil ester.

**Keywords:** Biodiesel, Transesterification, Waste cooking oil, Snail (*Achatina fulica*) Shells

## 1. PENDAHULUAN

Reaksi transesterifikasi adalah reaksi pengkonversian trigliserida menjadi metil ester asam lemak. Mekanisme proses transesterifikasi adalah melepaskan gliserol dari minyak sehingga asam lemak dapat direaksikan dengan alkohol menjadi metil ester (Hambali, 2007). Reaksi transesterifikasi atau reaksi alkoholisis, satu mol trigliserida bereaksi dengan tiga mol alkohol untuk membentuk satu mol gliserol dan tiga mol alkil ester asam lemak berikutnya. Proses tersebut merupakan suatu rangkaian dari reaksi reversibel (dapat balik) dimana molekul trigliserida dapat dirubah tahap demi tahap menjadi digliserida, monogliserida dan gliserol (Syah, 2006).

Katalis heterogen berupa CaO diperlukan untuk reaksi transesterifikasi. Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fase berbeda dengan reaktan. Prinsip kerja daripada katalis heterogen yaitu berdasarkan adsorpsi (*chemisorpsi*) dari satu atau lebih reaktan pada permukaan katalis, terjadi ikatan dan akhirnya produk terpisah (Bowker, 1998). Di antara alkali dan oksida alkali tanah, CaO adalah katalis yang memiliki keaktifan yang paling

tinggi di antara katalis-katalis heterogen yang lainnya (Granados dkk., 2009).

Keuntungan menggunakan katalis ini adalah dapat dipisahkan dari campuran dengan proses sederhana yaitu dengan proses penyaringan, mempunyai aktivitas yang tinggi, kondisi reaksi yang ringan, masa pakai katalis yang panjang, ekonomis, tidak korosif, ramah lingkungan dan menghasilkan sedikit masalah pembuangan, dapat dipisahkan dari larutan produksi sehingga dapat digunakan kembali (Kurniawan, 2019)

## 2. METODOLOGI

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Universitas Muhammadiyah dan laboratorium Pendidikan Kimia Universitas Islam Kuantan Singingi. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah X-Ray Diffraction (Philip Analytical X-Ray B.V.), Scanning Electron Microscopy (JEOL-JSM-6510LV), Atomic Absorption Spectroscopy (UNICAM SOLAAR 32), X-Ray Fluorescence (Horiba XGT-1000WR), Gas Chromatography-Mass Spectrometry (THERMO SCIENTIFIC TRACE 1310 – THERMO SCIENTIFIC ISQ

LT SINGLE QUADROPOLE), Mortar, Oven (*GallenKemp*), *Furnace (VulcanTM seri A-300)*, ayakan 200 Mesh, *Hotplate Magnetic Stirrer* (Rexim RSH-IDR As One), *Magnetic Stirrer* (Spinbar), *Sibata Waterbath Shaker* (WS-120), Neraca Analitik (*Mettler AE 200*), Labu leher tiga lengkap dengan kondensor, Pompa air, Termometer air raksa, Desikator, alat penentuan titik nyala (*Clevand BBS product type BAP-243*), dan peralatan gelas penelitian lainnya sesuai dengan prosedur kerja.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cangkang Bekicot (*Achatina fulica*), minyak goreng bekas, metanol p.a, Iso Propil Propanol (IPA), indikator fenolftalein, NaOH, KOH (0,1 N dan 0,5 N), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, *potassium hydrogen phthalat* (PHP), Aseton, HCl 0,5 N, CCl<sub>4</sub>, reagen Wijs, KI 10%, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1 dan 0,1 N), larutan kanji, CH<sub>3</sub>COOH, akuabides dan akuades, dan bahan-bahan kimia lainnya yang sesuai dengan prosedur kerja.

### 2.1. Preparasi dan Sintesis Katalis CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)

Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) dibersihkan dari daging nya dengan cara direbus selama 1 jam. Setelah itu, cangkang dikeringkan dengan menggunakan oven dengan suhu 100 °C selama 2 jam. Selanjutnya cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) ditumbuk kasar dengan menggunakan mortar dan di

kalsinasi menggunakan furnace selama 10 jam pada suhu 900 °C.

### 2.2. Preparasi dan Sintesis Biodiesel dari Limbah Minyak Goreng Bekas

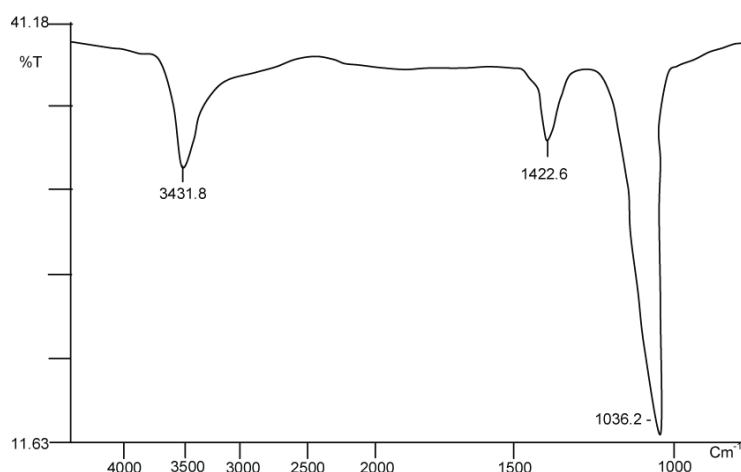
Limbah minyak goerng bekas disaring menggunakan saringan biasa untuk membersihkan kotoran nya kemudian limbah minyak goreng bekas dicuci menggunakan air hangat suhu 50 °C selama 2 jam dengan perbandingan minyak:air yaitu 1:1. Kemudian limbah minyak goreng bekas diuji kandungan air dan kandungan asam lemak bebasnya (Kurniawan, 2020).

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1. Karakteristik Katalis CaO

Katalis CaO yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk melihat susunan gugus fungsi, XRD untuk melihat kristalinitas senyawa, *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk melihat kandungan senyawa yang terkandung didalam katalis CaO yang dihasilkan, *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) untuk melihat luas permukaan, Indikator Hammet untuk menentukan kebasaan katalis, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat morfologi katalis CaO.

#### 3.1.1. Hasil karakterisasi FTIR Katalis CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) Kalsinasi 900 °C selama 10 jam



Gambar 1. Spektrum FTIR dari sampel CaO

Spektrum FTIR dari sampel CaO yang dihasilkan dari kalsinasi Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam diperoleh dengan menggunakan

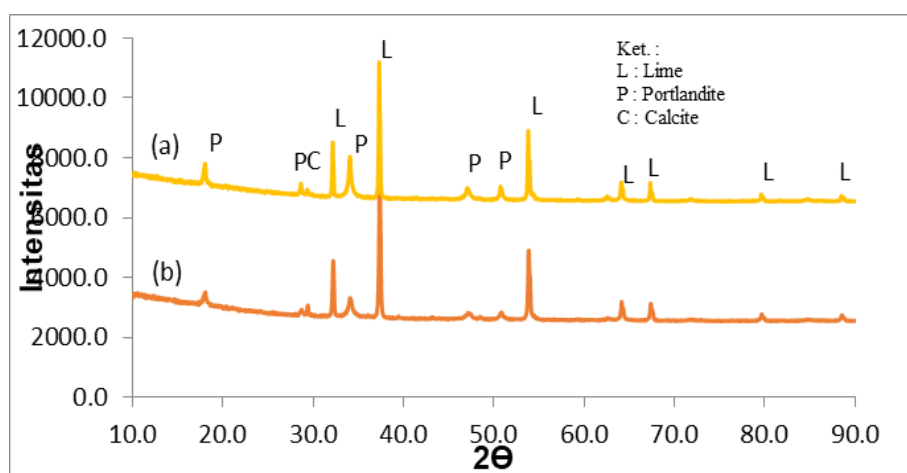
metode KBR yang dilakukan pada suhu kamar. Spektrum direkam pada 400-4000 cm<sup>-1</sup>. Pada spektrum diatas, dekomposisi senyawa CaCO<sub>3</sub> yang merupakan senyawa penyusun cangkang

bekicot terjadi pada  $3431,8\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan O-H stretching,  $1422,6\text{ cm}^{-1}$  merupakan O-H bending, dan  $1036,2\text{ cm}^{-1}$  merupakan C-O stretching.

### 3.1.2. Hasil karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction) Katalis CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) Kalsinasi $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 10 jam

Karakterisasi katalis menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk menentukan struktur, tingkat kemurnian dan tingkat kristalinitas katalis hasil sintesis secara

kualitatif, yaitu dengan membandingkan difraktogram hasil dengan difraktogram standar atau *Joint Commite On Powder Diffraction Standards* (JCPDS) (Hambali, 2007). Hasil analisis XRD (X-ray diffraction) katalis CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam yang dibandingkan dengan CaO kontrol dapat dilihat pada **Gambar 2**. Dari hasil analisis tersebut dapat dilihat bahwa terdapat puncak-puncak *Lime* [CaO], *Portlandite* [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ], dan *Calcite* [ $\text{CaCO}_3$ ].



**Gambar 2.** Difraktogram XRD katalis (a) katalis CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam dan (b) CaO Kontrol.

Pada katalis CaO dari limbah cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam puncak *portlandite* [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ]  $34,1370^{\circ}$  ( $14,95$ ) lebih tinggi jika dibandingkan dengan puncak *portlandite* CaO kontrol. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh pengaruh adanya pengotor berupa uap air pada proses pembuatannya yang ikut bereaksi dengan katalis CaO yang dihasilkan dari kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam. Munculnya puncak-puncak *calcite* ( $\text{CaCO}_3$ ) akibat dekomposisi  $\text{CaCO}_3$  yang tidak sempurna menjadi CaO dan  $\text{CO}_2$  selama proses kalsinasi sehingga terbentuk  $\text{CaCO}_3$  dalam fasa *calcite* (fasa stabil) (Alonso et al., 2009). Katalis yang mengandung mineral *portlandite* [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ] disebabkan oleh adanya kontak antara permukaan padatan CaO dengan uap air dari udara bebas (Bowker, 1998). Kemungkinan lain yang menyebabkan masih munculnya mineral *portlandite* pada penelitian ini disebabkan karena cangkang bekicot mempunyai lapisan yang sangat keras sehingga kalsinasi pada suhu dan waktu tersebut masih

belum menghasilkan perubahan sempurna  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO. Dekomposisi  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO dimulai pada temperatur  $\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$  menggunakan TGA (Nurhayati et al, 2016). Urutan situs aktif aktivitas katalis dalam produksi biodiesel yaitu  $\text{CaO} > \text{Ca}(\text{OH})_2 > \text{CaCO}_3$ . Semakin banyak kandungan CaO dalam suatu katalis, maka aktivitas katalis dalam produksi biodiesel semakin baik.

Mineral *lime* (CaO) yang telah dihasilkan akan dijadikan sebagai katalis untuk produksi biodiesel karena memiliki sisi aktif yang tinggi. Katalis ini biasa disebut sebagai katalis heterogen karena memiliki wujud yang berbeda dengan bahan baku yang akan digunakan untuk produksi biodiesel. CaO merupakan katalis heterogen oksida logam yang sering digunakan untuk reaksi transesterifikasi karena harganya murah, mudah didapat, dan tidak terlalu beracun (Xu et al, 2007).

### 3.1.3. Penentuan komposisi unsur dengan metode X-ray fluorescence (XRF)

X-ray fluorescence spectrometry (XRF) merupakan teknik analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada padatan, bubuk ataupun sample cair. Pada **Tabel 1**, dapat

dilihat hasil penentuan komposisi kimia katalis CaO kontrol dengan CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam.

**Tabel 1.** Analisis komposisi kimia katalis CaO kontrol dengan CaO dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam.menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF).

No	Komposisi	Persentase Mineral (%)	
		CaO hasil	CaO Kontrol
	1	2	3
1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.59	0.482
3	SO <sub>3</sub>	0	0
4	CaO	97.601	99,493
5	TiO <sub>2</sub>	0.004	0.001
6	MnO	0.007	0
8	SrO	0.118	0
9	ZrO <sub>2</sub>	0.001	0
10	Ag <sub>2</sub> O	0.591	0
11	Na <sub>2</sub> O	0.206	0
12	BaO	0.012	0.006
13	CeO <sub>2</sub>	0	0
14	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	0
15	Cl	0.014	0
16	V	0	0
17	Pr	0	0.018
18	Nd	0	0
	Total	100	100

Hasil sintesis pada **Tabel 1** menunjukkan senyawa dengan konsentrasi tertinggi pada katalis CaO yang dihasilkan dari kalsinasi cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam yakni CaO (97,601%) dan sisanya senyawa lain yakni TiO<sub>2</sub> (0,004%), MnO (0,007%), SrO (0,118%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,6%), ZrO<sub>2</sub> (0,001%), Ag<sub>2</sub>O (0,591%), Na<sub>2</sub>O (0,206%), BaO (0,012%), dan Cl (0,014%).

Pada penelitian lain, senyawa yang terkandung di dalam cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) yang dikalsinasi pada suhu 800 °C yakni CaO (99,14%) dan sisanya senyawa lain yakni K<sub>2</sub>O (0,29%), SrO (0,25%), SO<sub>3</sub> (0,12%) dan SnO<sub>2</sub> (0,12%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,02%) (). Komposisi unsur cangkang kerang yang dikalsinasi pada 900 °C selama 3,5 jam mengandung unsur Ca sebesar 98,35% (Huaping

et al, 2006). Senyawa yang didapatkan dari hasil kalsinasi cangkang telur ayam pada suhu 1000 °C tersebut mengandung 99,48% unsur Ca (Nurhayati et al, 2016). Kandungan Ca yang tinggi, pada cangkang bekicot (*Achatina fulica*) sangat berpotensi untuk menjadi sumber CaO alami yang ekonomis.

#### 3.1.4. Braunaeur-Emmet-Teller (BET)

Penentuan luas permukaan katalis merupakan salah satu cara yang digunakan untuk mengetahui sifat permukaan dari suatu material. Permukaan katalis yang luas memungkinkan produksi biodiesel yang dihasilkan semakin besar. Hal ini disebabkan oleh semakin banyaknya reaktan yang dapat bereaksi dipermukaan untuk menghasilkan biodiesel.

**Tabel 2 . Luas permukaan katalis CaO**

Sampel Katalis	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)
CaO kontrol	152.54
CaO hasil	146.35

**3.1.5. Hammett Indicator Titration**

Pada penelitian ini, indikator Hammett digunakan untuk menentukan kekuatan basa dari

katalis yang dihasilkan. Katalis dengan kekuatan basa  $H_+ > 9.3$  sudah sangat baik jika digunakan untuk reaksi transesterifikasi (Guo et al, 2010).

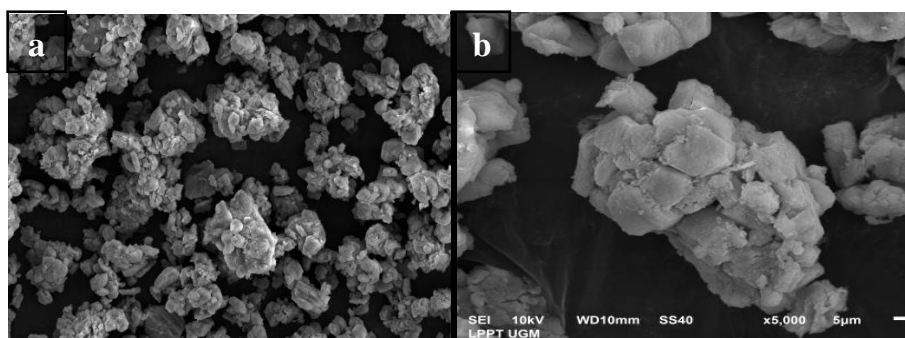
**Tabel 3 . Kekuatan basa katalis CaO.**

Sampel Katalis	Kekuatan Basa ( $H_+$ )
CaO kontrol	$12.2 < H_+ < 14.3$
CaO hasil	$10.2 < H_+ < 12.2$

**3.1.6. Penentuan morfologi permukaan katalis CaO dari limbah cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) dengan menggunakan metode Scanning Electron Microscope (SEM)**

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Prinsip kerja dari SEM ini adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas electron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Morfologi katalis CaO yang dihasilkan dari kalsinasi limbah cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C dapat dilihat pada **Gambar 3**.

Morfologi katalis CaO yang dihasilkan dari kalsinasi cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam dapat dilihat pada **Gambar 3**. Katalis CaO yang dihasilkan dari kalsinasi cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam memiliki bentuk heksagonal dan oval dengan ukuran ~5 µm. Hasil morfologi penelitian ini sama jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Kumar dan Ali (2012) yang melakukan impregnasi KOH kedalam CaO (Katalis K-CaO) dan memperoleh katalis dengan bentuk heksagonal dan oval. Sementara, impregnasi ion Litium kedalam CaO dan memperoleh katalis dengan bentuk morfologi heksagonal dan oval (Kaur and Ali, 2010).



**Gambar 3. Morfologi permukaan katalis CaO menggunakan metode Scanning Electron Microscope (SEM) (a) Pembesaran 1000 kali, dan (b) pembesaran 5000 kali.**

**3.2. Uji Pendahuluan Limbah Minyak Goreng Bekas**

Air hangat suhu 50 °C dengan perbandingan 1:1 dipergunakan untuk mencuci limbah minyak

goreng bekas sebelum digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Setelah itu kita uji kandungan air dan kandungan asam lemak bebas nya.

**Tabel 4. Kandungan asam lemak bebas dan air dari limbah minyak goreng bekas**

Parameter	Hasil (%)
Kandungan Air	0,5
Kandungan Asam Lemak Bebas	0,45

Pada **Tabel 4**, dapat dilihat bahwa minyak goreng bekas mengandung asam lemak bebas sebesar 0,55% dan kandungan air sebesar 0,04%. Dari data yang diperoleh, sampel minyak yang digunakan memiliki kemurnian yang baik untuk digunakan sebagai bahan baku produksi biodiesel. Minyak yang bagus mempunyai kandungan asam lemak bebas kecil dari 1%. Semakin tinggi kandungan asam lemak bebas maka minyak tersebut tidak bagus digunakan sebagai bahan baku pada pembuatan biodiesel. Minyak yang memiliki nilai asam lemak bebas kecil dari 1% dapat langsung dilakukan reaksi transesterifikasi tanpa melalui reaksi esterifikasi terlebih dahulu (Empikul dkk., 2010).

Kandungan air merupakan salah satu faktor yang lebih dominan bila dibandingkan dengan kandungan asam lemak bebas minyak, karena

besarnya air dalam minyak harus lebih kecil dari 0,06%, sedangkan kandungan asam lemak bebas harus kecil dari (0,5-1%) (Guo dkk., 2010). Jika kandungan air dan asam lemak bebas terlalu tinggi dalam reaksi, maka sabun akan terbentuk yakni membentuk emulsi, sehingga reaksi metanolisis tidak dapat terjadi (Kumar dan Ali 2012).

### 3.3. Reaksi Transesterifikasi

Pada penelitian ini, reaksi transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan 3% katalis CaO, suhu reaksi 60 °C, perbandingan mol minyak-metanol adalah 1:6, dan waktu reaksi 3 jam. Dimana hasil reaksi transesterifikasi dapat dilihat pada **Tabel 5**.

kandungan CaO dalam suatu katalis, maka aktivitas katalis dalam produksi biodiesel semakin baik.

### 3.4. Karakteristik Biodiesel

Karakterisasi biodiesel yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) untuk mengidentifikasi komponen-komponen yang terkandung di dalam biodiesel yang dihasilkan, dan secara khusus untuk melihat apakah semua trigliserida yang terdapat dalam minyak goreng bekas mampu diubah menjadi mono ester, dan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) untuk menentukan kandungan logam Ca (*leaching*) dalam produk Biodiesel.

### 3.5. Analisis logam Ca yang terlarut didalam biodiesel menggunakan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Produk Biodiesel yang dihasilkan dianalisa dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Spektrometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metalloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Lee dkk.,

**Tabel 5. Perolehan biodiesel**

Sampel Katalis	Biodiesel (%)
CaO kontrol	85,05
CaO hasil	84,28

Pada **Tabel 5** dapat disimpulkan bahwa hasil produksi biodiesel tidak mengalami perbedaan yang besar antara CaO kontrol yang merupakan CaO pa dengan katalis CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam. Hal ini juga dapat dibuktikan dari hasil karakteristik katalis yang dilakukan dengan menggunakan XRD dan XRF.

Pada pola XRD, katalis CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam memiliki puncak yang tajam pada *portlandite* dan *calcite* jika dibandingkan dengan pola XRD CaO kontrol. Bahkan pada pola XRF jelas terlihat jika CaO kontrol memiliki kandungan CaO yang lebih tinggi daripada katalis CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam. Urutan situs aktif aktivitas katalis dalam produksi biodiesel yaitu  $\text{CaO} > \text{Ca}(\text{OH})_2 > \text{CaCO}_3$ . Semakin banyak

2009). Dalam penelitian ini AAS digunakan untuk menganalisa kandungan logam Ca yang terlarut (*leaching*) dalam produk Biodiesel. Kandungan logam Ca yang terlarut dalam produk biodiesel dapat dilihat pada **Tabel 6**.

**Tabel 6. Analisis logam Ca yang terlarut didalam produk biodiesel**

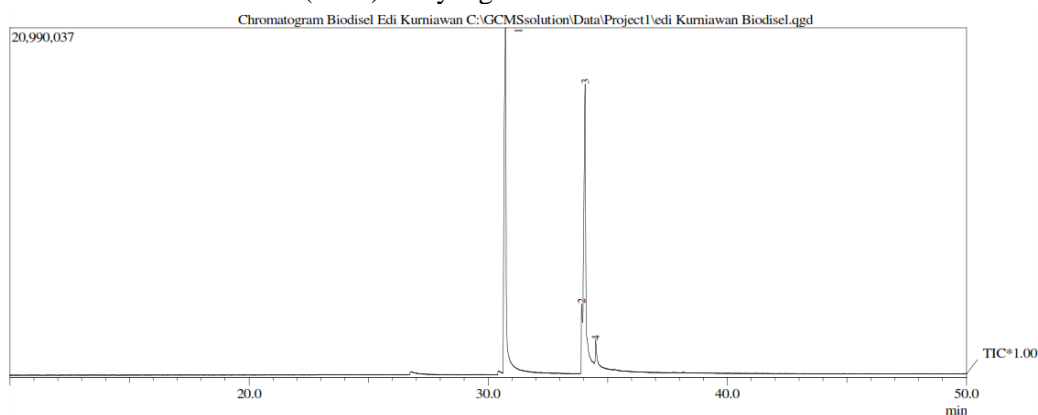
Sampel Katalis	Logam terlarut ( $\mu\text{g/kg}$ ) Ca
CaO kontrol	1500
CaO hasil	2200

Dari **Tabel 6**, dapat dilihat bahwa jumlah logam terlarut pada produksi biodiesel dengan menggunakan katalis CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam memenuhi standar yang telah ditetapkan di Eropa yaitu maksimal sebesar  $4800\text{ }\mu\text{g/kg}$ . Hasil penelitian Kumar dan Ali (2012) yang

menggunakan katalis 3,5% K-CaO untuk reaksi transesterifikasi menghasilkan biodiesel dengan kandungan logam sebanyak  $4700\text{ }\mu\text{g/kg}$ .

### 3.6. Analisis metil ester dari hasil produksi biodiesel menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

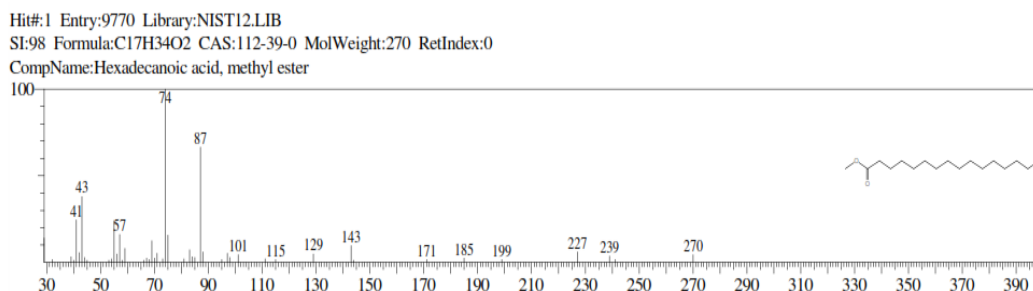
Untuk mengidentifikasi kemurnian jenis metil ester yang diperoleh dari produksi biodiesel dapat dianalisis menggunakan *Gas Chromatography* (GC). Setelah dianalisis dengan GC kemudian dilanjutkan dengan analisis *Mass Spectroscopy* (MS) dari produk biodiesel. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada **Gambar 4** dan **Gambar 5**.



**Gambar 4. Kromatogram GC dari produk biodiesel**

keterangan:

1. Metil Palmitat (Asam Heksadekanoat)
2. Metil Linoleat ( Asam-9-12-Oktadekanoat)
3. Metil Elaidat/metil oleat (Asam-9 Oktadekanoat)
4. Metil Stearat (Asam Oktadekanoat)



**Gambar 5. Salah satu hasil analisis spektrum massa dari produk biodiesel yakni metil palmitat (Asam heksadekanoat) pada waktu retensi 30, 725 min.**

Hasil uji GC menunjukkan beberapa senyawa organik yang terkandung didalam metil ester. Hasil GC kemudian dilakukan analisis MS untuk menentukan senyawa penyusun metil ester yang dihasilkan. Senyawa penyusun metil ester yang dominan adalah metil palmitat (Asam Heksadekanoat), metil linoleat (Asam-9-12-Oktadekanoat), metil Elaidat/metil oleat (Asam-9 Oktadekanoat), metil stearat (Asam Oktadekanoat). Berdasarkan analisis GC-MS, produksi biodiesel mengandung 100% metil

ester. Hal ini berarti bahwa katalis CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam memiliki uji aktivitas yang baik terhadap reaksi transesterifikasi. Hasil analisis GC-MS dari produk biodiesel menggunakan katalis CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada suhu 900 °C selama 10 jam dapat dilihat pada **Tabel 7**

**Tabel 7. Hasil analisa GC-MS dari produksi biodiesel**

No. Puncak	Waktu Retensi (min)	Luas Area (%)	Metil Ester Asam lemak	Senyawa
1	30,722	47,58	Asam Heksadekanoat	Metil Palmitat
2	33,911	5,16	Asam-9-12-Oktadekanoat	Metil Linoleat
3	34,051	43,99	Asam-9-Oktadekanoat	Metil Elaidat/ Metil Oleat
4	34,494	3,27	Asam Oktadekanoat	Metil Stearat

Kromatogram hasil analisis GC-MS menunjukan adanya 4 puncak yang terdeteksi sebagai metil ester dan dapat dilihat pada **Gambar 4** dan **Gambar 5**. Selain itu, senyawa penyusun metil ester yang dominan dengan luas area metil ester terbesar terdeteksi pada puncak pertama metil palmitat (47,58%), dan puncak ketiga metil elaidat/metil oleat (43,99%) dapat dilihat pada **Gambar 4** dan **Tabel 7**.

Dari hasil analisis GC-MS, metil palmitat mempunyai rantai karbon yang paling pendek yaitu C<sub>16</sub> sebesar (47,58%) sehingga puncak terdeteksi lebih awal daripada jenis metil ester lainnya. Selain itu, jenis metil ester lain yang terkandung di dalamnya adalah metil linoleat (5,16%), metil elaidat/metil oleat (43,99%), dan metil stearat (3,27%). Berdasarkan senyawa yang terkandung dalam metil ester tersebut dapat ditentukan jenis minyak yang digunakan sebagai bahan baku sintesis biodiesel. Dalam minyak ini senyawa yang paling dominan adalah asam palmitat yang membentuk ester asam heksadekanoat. Analisis GC-MS dari produk biodiesel menggunakan bahan baku minyak *sunco* memperoleh jenis metil ester yang tertinggi yakni metil oleat (33,38%) dan

dan nilai yang rendah yakni metil miristat (0,72%) (Samart dkk., 2010). Senyawa metil ester yang diperoleh tersebut sesuai dengan kandungan asam lemak yang terdapat pada bahan dasar minyak goreng kelapa dan kelapa sawit yang digunakan untuk sintesis biodiesel seperti asam oleat, palmitat, asam stearat dan asam arachidat.

#### 4. KESIMPULAN

Limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) berpotensi sebagai sumber alami katalis CaO yang dapat dipergunakan sebagai katalis untuk produksi biodiesel. Katalis CaO dari limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) yang dipanaskan pada suhu 900 °C selama 10 jam. Produksi biodiesel menggunakan katalis CaO dilakukan pada rasio mol minyak: metanol 1:6, 3 g berat katalis, suhu reaksi 60 °C, waktu reaksi 3.5 jam dan kecepatan 250 rpm dengan persentase biodiesel yang dihasilkan 84,28% dimana hasil analisa produk biodiesel yang dihasilkan dengan menggunakan GC-MS menunjukkan kandungan 100% metil ester.



## 5. UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada DRPM, Bidang Penguatan Riset dan Pengembangan Kementerian Riset dan Teknologi/ Badan Riset dan Inovasi Nasional yang telah mendanai penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Alonso, D. M., Granados, M. L., Mariscal R., and Douhail, A., (2009), Surface Chemical Promotion of Ca Oxide Catalyst in Biodiesel Production Reaction by the Addition of Monoglycerides, Diglycerides, and Glycerol, *Journal Catalyst*, 276: 229-236.
- Asnibar, S., (2014), Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas untuk Produksi Biodiesel dengan Katalis CaO dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa*) Kalsinasi 800 °C, *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau, Pekanbaru.
- Bowker, M., (1998), *The Basic and Applications of Heterogeneous Catalysis*, Oxford University Press Inc, New York.
- Empikul, V. N., Kresae, P., Puttasawat, P., Yoosuk, B., Chollacoop, N and Faungnawakij, K., (2010), Waste Shell of Mollusk and Egg as Biodiesel Production Catalyst, *Bioresource Technology*, 101: 3765-3760.
- Hambali, E., (2007), Teknologi Bioenergi, PT. Agromedia Pustaka, Bogor.
- Guo, F., Peng, Z.G., Dai, J.Y., and Xiu, Z.L., (2010), Calcined Sodium Silicate as Solid Base Catalyst for Biodiesel Production, *FuelProcess, Technol*, 91: 322-328.
- Granados, M.L., Alonso, D. M., Rubio, A.C., Mariscal, R., Ojeda, M. and Brettes, P., (2009), Transesterification of Triglycerides by CaO: Increase of The Reaction Rate by Biodiesel Addition, *Energy and Fuels*, 23: 2259-2263.
- Huaping, Z., Zongbin, W., Yuanxiong, C., Ping, Z., Shijie, D., Xiaohua, L. and Zonqiang, M., (2006), Preparation of Biodiesel Catalyzed by Solid Super Base of Calcium Oxide and Its Refining Process, *Chinese Journal of Catalysis*, 27: 391-396.
- Kaur, M. and Ali, A., (2011), Lithium Ion Impregnated Calcium Oxide as Nano Catalyst for the Biodiesel Production from Karanja and Jatropha Oils, *Renewable Energy*, 36: 2866-2871.
- Kumar, D. and Ali, A., (2012), Nanocrystalline K-CaO for the Transesterification of a Variety of Feedstocks: Structure, Kinetics, and Catalytic Properties, *Renewable Energy*, 46: 459-468.
- Kurniawan, E., Asril, A., dan Ningsih, J.R., (2019), Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Oksida dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*), *Jamb.J.Chem*, 01 (2): 50-54.
- Kurniawan, E., dan Nurhayati, (2020), Trasesterifikasi Process of Waste Cooking Oil Catalyzed by Na/CaO Derivated from Blood Clam (*Anadara granosa*) Shells, *Eksakta : Journal of Sciences and Data Analysis*, 1 (1): 1-6.
- Lee, D., Park, Y., dan Lee, K., (2009), Heterogenous base catalysts for transesterification in biodiesel synthesis, *Catalysis Surveys from Asia*, 13(2), 63 – 77.
- Leung, D.Y.J., Wu, X. and Leung, M.K.H., (2010), A Review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification, *Appl. Energy*, 87:1083-1085.
- Markgraf, S. A. and Reeder, R. J., (1985), Calcite, *American Mineralogist*, 70: 590-600.
- Nurhayati, Muhdarina, Linggawati A., Anita S., and Amri A. T., (2016), Preparation and Characterization of Calcium Oxide Heterogeneous Catalyst Derived from Anadara Granosa Shell for Biodiesel Synthesis, *J. KnE Engineering*, 1: 1-8.
- Samart, C., Chaiya, C. and Reutroycharoen, P., (2010), Biodiesel Production by Methanolysis of Soybean Oil Using Calcium Supported on Mesoporous Silica Catalyst, *Energy Conver. Manag*, 51: 1428-1431.
- Xu, H., Zhao, Y., Zhang, J., Hickmott, D.D. and Daemen, L.L., (2007), Portlandite, *American Mineralogist*, 34: 223-232.