PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI OPTIMUM TERHADAP PEMBENTUKAN KALSIUM OKSIDA DARI CANGKANG TELUR BEBEK SEBAGAI KATALIS PADA SINTESIS MINYAK KELAPA MENJADI BIODIESEL

Vira Valasara¹, Sri Rezeki¹, Syahrul Khairi¹
¹Jurusan Teknik Kimia, Universitas Tanjungpura, Pontianak

Email Korespondensi: viravalasara@gmail.com

Abstrak

[10.26418/pipt.2021.24](https://doi.org/10.26418/pipt.2021.24)

Cadangan minyak bumi dunia semakin lama semakin berkurang, sehingga perlu energi alternatif untuk menggantikan posisi minyak bumi, di antaranya adalah penggunaan biodiesel. Biodiesel dapat diproduksi dari berbagai macam minyak nabati, salah satunya minyak kelapa. Pembuatan biodiesel memerlukan katalis, katalis yang banyak dikembangkan saat ini adalah katalis heterogen CaO . CaO dapat diperoleh dari CaCO_3 yang dikalsinasi. Salah satu sumber yang mengandung CaCO_3 yang tinggi adalah cangkang telur bebek. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi suhu kalsinasi cangkang telur bebek pada 700, 800, 900 dan 1000°C terhadap katalis CaO yang dihasilkan dan pengaruh terhadap pembentukan biodiesel menggunakan minyak kelapa. Pada penelitian ini kalsinasi cangkang telur bebek dilakukan selama 4 jam. Proses transesterifikasi dengan suhu reaksi 60°C menggunakan metanol dan minyak kelapa dengan perbandingan mol 9:1 selama 4 jam. Konsentrasi katalis CaO yang digunakan yaitu 3,5% (b/b). Katalis diuji tingkat kristalinitas dengan analisis XRD. Metil ester dianalisa dengan GCMS, untuk standar kualitas biodiesel parameter yang diuji yaitu densitas, viskositas, angka setana, dan residu karbon. Pembentukan optimum CaO pada proses kalsinasi adalah pada suhu 900°C. Reaksi transesterifikasi yang dilakukan menghasilkan yield sebesar 92,12%. Biodiesel yang dihasilkan mempunyai nilai densitas 859 kg/m³, viskositas kinematik 11,6 mm²/s, angka setana 55,7 dan residu karbon 0,37% (b/b).

Kata kunci: biodiesel, CaO , cangkang telur bebek, minyak kelapa

PENDAHULUAN

Permintaan Bahan Bakar Minyak di Indonesia semakin meningkat, baik itu untuk keperluan industri, transportasi maupun rumah tangga. Menurut data dari Kementerian ESDM semakin tahun konsumsi semakin meningkat sedangkan ketersediannya sendiri semakin menipis. Sejalan dengan hal itu pemerintah mengeluarkan peraturan mandatori B30 dimana mengharuskan penggunaan biodiesel untuk sektor bersubsidi dan sektor nonsubsidi. B30 merupakan jenis bahan bakar hasil pencampuran minyak solar dengan biodiesel berbahan dasar minyak nabati sebanyak 30 persen.

Sumber energi yang dapat digunakan untuk pembuatan biodiesel salah satunya adalah minyak nabati. Minyak nabati yang dapat diubah menjadi bahan bakar adalah minyak kelapa. Menurut Kementerian Perindustrian (2014), area perkebunan

kelapa di Indonesia menduduki peringkat pertama di dunia yaitu dengan luas 3,88 juta hektar yang memproduksi 3,2 juta ton. Rendemen kelapa untuk diolah menjadi biodiesel sebesar 2689 biodiesel/ha.

Minyak kelapa terdiri dari satu unit gliserin dan tiga unit asam lemak yang dapat diubah menjadi senyawa ester. Apabila minyak kelapa direaksikan dengan metanol akan menghasilkan *Coco Methyl Esther* (*Coco Biodiesel*). Biodiesel disintesis dari minyak melalui reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis. Katalis pembuatan biodiesel biasanya berupa katalis homogen dan katalis heterogen. Salah satu jenis katalis heterogen yang banyak dikembangkan saat ini adalah CaO . CaO dapat diperoleh dari CaCO_3 yang banyak terdapat di cangkang kerang, cangkang telur dan tulang hewan. Sintesis katalis CaO dari limbah sebagai bahan baku sedang dikembangkan. Penggunaan limbah ini bisa

mengurangi dan mendaur ulang sampah yang sudah tidak terpakai lagi.

Pada penelitian ini katalis heterogen yang akan digunakan berasal dari cangkang telur yaitu cangkang telur bebek. Pembentukan CaO dari CaCO_3 dengan proses kalsinasi memerlukan optimasi suhu kalsinasi agar dapat diperoleh konversi yang maksimal dengan suhu optimum. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk menguji pengaruh suhu kalsinasi terhadap CaO yang terbentuk dari cangkang telur bebek sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa dan menguji karakteristik biodiesel yang dihasilkan.

METODOLOGI

Tahap Proses Kalsinasi Cangkang Telur Bebek (CaCO_3)

Cangkang telur bebek dibersihkan dari debu dan kotoran kemudian dikeringkan di dalam oven dengan suhu 100°C selama 3 jam untuk mengurangi kadar air dalam cangkang. Setelah itu, dilakukan proses pengecilan ukuran partikel, lalu disaring lolos ayakan 80 mesh. Selanjutnya dikalsinasi dalam *furnace* dengan temperatur $700, 800, 900$ dan 1000°C selama 4 jam hingga menjadi abu. Setelah itu abu hasil kalsinasi ditimbang dan dihitung yield dan persen dekomposisinya. Cangkang telur bebek yang telah dikalsinasi kemudian dianalisis menggunakan mesin XRD-3550 dengan tegangan 30 mA dan 40 kV, radiasi Cu ($L = 1.54060 \text{ \AA}$) sudut operasi 2θ 10° - 100° , scan step $0,010^\circ$ dan waktu 8,26 detik.

Proses Transesterifikasi Minyak Kelapa Menggunakan Katalis Cangkang Telur Bebek

Proses transesterifikasi ini menggunakan katalis cangkang telur bebek (CaO) sebanyak 3,5% (b/b), dimana pertama CaO dicampurkan dengan metanol yang telah dihitung terlebih dahulu hingga sesuai dengan rasio molar metanol/minyak kelapa 9:1 lalu dipanaskan selama 5 menit dengan

suhu 40°C . Setelah itu, dimasukkan minyak kelapa sebanyak 100 gram. Campuran minyak kelapa, metanol dan katalis dipanaskan hingga mencapai suhu konstan yaitu 60°C , campuran dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* dengan selama 4 jam dan dijaga suhunya tetap konstan. Metil ester campuran reaksi yang dihasilkan dipisahkan dengan katalis CaO dan dicuci untuk memisahkan lapisan bawah yang terbentuk merupakan campuran sisa CaO, metanol, gliserol dan trigliserida yang tidak bereaksi. Perlakuan ini diulang beberapa kali hingga air cucian berwarna bening dan pH air pencucian menjadi netral. Lapisan atas yang terbentuk merupakan metil ester. Metil ester kemudian ditimbang dan dihitung yield. Setelah itu metil ester dianalisis dengan GCMS. Metil ester juga dilakukan uji densitas, viskositas, angka setana dan residu karbon biodiesel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Katalis Cangkang Telur Bebek

Hasil dekomposisi termal CaCO_3 sebagai yield dan % kehilangan berat dari 4 kali dekomposisi terhadap serbuk cangkang telur bebek secara terpisah ditampilkan pada Gambar 1.

Sumber: (Penulis, 2021)

Gambar 1: Hasil kalsinasi cangkang telur bebek sebagai yield dan dekomposisi (grafik batang ■ yield, grafik batang ■ dekomposisi)

Penurunan massa pada sampel dikarenakan pada proses kalsinasi terjadi pelepasan dari unsur pengisi. Penurunan massa dihitung dari perubahan massa akhir sampel terhadap massa awal sampel karena massa yang hilang berupa gas CO₂ (Lesbani, 2013).

Dekomposisi yang terjadi di bawah suhu 600°C merupakan tahap awal terjadinya penguapan air pada permukaan padatan dan pelepasan senyawa organik penyusun cangkang keong mas (Correia, 2014). Dekomposisi lanjutan pada rentang suhu 700°C sampai 800°C terjadi penurunan massa yang tajam dimana mengindikasikan adanya pelepasan signifikan senyawa CO₂. Menurut Singh dan Singh (2005), penurunan berat sampel mungkin disebabkan oleh dekomposisi CaCO₃ melalui hilangnya karbon dioksida (CO₂), dan pembentukan kalsium oksida (CaO). Hubungan kuantitas teoritis pada dekomposisi CaCO₃ ditunjukkan pada persamaan berikut:

Berdasarkan persamaan tersebut, 1 mol CaCO₃ akan terdekomposisi menjadi 1 mol CaO dan 1 mol gas CO₂. Asumsi kadar CaCO₃ dalam cangkang telur 94% basis kering (Stadelman, 2000) membentuk CaO dengan yield maksimum yaitu 52,70% sedangkan penelitian ini menghasilkan yield kalsinasi maksimum sebesar 53,67% pasca kalsinasi suhu 900°C. Sedangkan dekomposisi maksimum terjadi suhu 900°C selama 4 jam sebanyak 46,36%. Hasil penelitian ini menunjukkan kesamaan seperti penelitian yang dilakukan oleh Prastyo (2011), dengan dekomposisi maksimum pada kalsinasi 900°C selama 3 jam yaitu sebesar 46 % berat.

Analisa XRD pada katalis bertujuan untuk mengetahui adanya senyawa CaCO₃ dan CaO secara kualitatif. Hasil karakterisasi dengan XRD terhadap cangkang telur bebek dan cangkang telur bebek yang telah dikalsinasi pada suhu 700, 800, 900 dan 1000°C selama 4 jam

ditampilkan sebagai spektra difraksi pada Gambar 2.

Sumber: (Penulis, 2021)

Gambar 2: Pola difraksi XRD serbuk cangkang telur bebek sebelum kalsinasi; dan setelah kalsinasi

Hasil XRD secara umum menunjukkan komposisi katalis cangkang telur bebek terdiri dari CaCO₃, CaO dan Ca(OH)₂. Dari difraktogram XRD, puncak yang dihasilkan masing-masing dicocokkan dengan puncak ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) sebagai pembandingan.

Pada pola difraksi menunjukkan bahwa cangkang telur bebek sebagian besar tersusun dari senyawa CaCO₃ dengan munculnya puncak pada daerah sudut 2θ = 29,39°, 39,42°, 43,18°, 47,46°, dan 48,53° yang dikonfirmasi sesuai dengan standar CaCO₃ (ICDD 01-078-4614) sesuai dengan penelitian Stadelman (2000) yang menyatakan cangkang telur bebek mengandung CaCO₃. Pada suhu kalsinasi 700°C selama 4 jam ditemukan puncak tertinggi di daerah puncak standar CaCO₃ calcite seperti yang ditemukan sebelum kalsinasi. Kalsinasi suhu 700°C belum mendekomposisi CaCO₃ menjadi CaO. Hasil ini sesuai dengan penelitian dari Mohadi (2013) dimana pada suhu 700°C puncak yang melebar mengidentifikasi bahwa pada suhu kalsinasi tersebut belum terbentuk CaO melainkan masih berupa unsur Ca dengan struktur semi amorf. Kenaikan temperatur kalsinasi pada suhu

800°C masih menunjukkan puncak identifikasi senyawa CaCO_3 dan juga menunjukkan puncak dan intensitas tertinggi yang mengidentifikasi senyawa CaO kristalin. Hasil difraktogram dalam penelitian ini menunjukkan kesamaan dengan penelitian Wei (2009) yang melaporkan pembentukan CaO dimulai pada suhu 800°C. Senyawa CaO terbentuk karena lepasnya senyawa CO_2 dari CaCO_3 pada suhu yang tinggi. Selain itu senyawa Ca(OH)_2 juga teridentifikasi dengan munculnya puncak pada sudut $2\theta = 18,13^\circ$, $34,12^\circ$, dan $50,9^\circ$ sesuai dengan standar Ca(OH)_2 (ICDD 01-072-0156) dengan intensitas yang rendah. Berdasarkan penelitian Kouzu (2012) senyawa Ca(OH)_2 yang terbentuk dipengaruhi oleh terbentuknya senyawa CaO , dimana Ca(OH)_2 terbentuk karena CaO mempunyai sifat basa kuat akibat keberadaan anion oksigen pada permukaannya.

Penggunaan suhu kalsinasi 900°C dan 1000°C selama 4 jam telah mampu menunjukkan puncak tertinggi dan tajam, dimana secara stabil yang mengidentifikasi peningkatan kristalinitas CaO yang dihasilkan (Mohadi, 2013). Puncak karakteristik CaO suhu kalsinasi 900°C muncul didaerah sudut $2\theta = 32,23^\circ$, $37,38^\circ$, $53,9^\circ$, $64,21^\circ$, dan $67,43^\circ$ (ICDD 00-004-0777) dan puncak CaO pada suhu kalsinasi 1000°C muncul didaerah sudut $2\theta = 32,28^\circ$, $37,45^\circ$, $53,97^\circ$, $64,28^\circ$, dan $67,50^\circ$ (ICDD 00-004-0777). Puncak-puncak yang terbentuk ini menunjukkan bahwa pada suhu 900°C dan 1000°C sebagian besar CaCO_3 dapat terkonversi menjadi senyawa CaO . Selain itu teridentifikasi juga senyawa CaCO_3 dan Ca(OH)_2 , namun dengan intensitas yang sangat rendah. Hal ini sesuai dengan penelitian Fhadilah (2015) dimana terbentuknya mineral Ca(OH)_2 terjadi dikarenakan serbuk CaO yang terbentuk dari hasil kalsinasi mengalami kontak dengan udara sehingga menyebabkan reaksi hidrosilasi antara air dan fasa CaO . Senyawa CaO setelah proses kalsinasi akan bersifat higroskopis dan menyebabkan CaO

dengan mudah menyerap uap air dari udara sewaktu dikeluarkan dari tanur. Sedangkan identifikasi senyawa CaCO_3 pada suhu 900°C dan 1000°C dalam penelitian ini menunjukkan kesamaan dengan laporan Zuhra (2015) dimana senyawa CaCO_3 masih tersisa, namun dengan intensitas yang sangat rendah. Hal ini dapat disebabkan oleh proses dekomposisi yang tidak merata pada sampel.

Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer dengan nilai intensitas, panjang gelombang, FWHM dan 2θ yang telah didapatkan dari hasil uji XRD. Berdasarkan persamaan Debye Scherrer.

$$D = \frac{K \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Berdasarkan persamaan Debye Scherrer ini diperoleh ukuran kristal cangkang telur bebek sebelum dan sesudah kalsinasi, ukuran kristal yang diperoleh seperti yang tertera pada Tabel 1.

Tabel 1: Ukuran kristal cangkang telur bebek sebelum dan sesudah kalsinasi

Sampel Data	D (nm)
Cangkang Telur Bebek	24,688
700°C	24,877
800°C	24,218
900°C	22,826
1000°C	22,025

Sumber: (Penulis, 2021)

Ukuran kristal yang diperoleh dari persamaan Debye Scherrer setelah kalsinasi mengalami penurunan atau pengecilan. Hasil penelitian ini menunjukkan kesamaan seperti penelitian yang dilakukan oleh Huang (2007) dimana suhu kalsinasi mempengaruhi ukuran kristal dan semakin tinggi suhu dari kalsinasi maka semakin kecil ukuran dari kristal yang dihasilkan. Ukuran partikel berada pada kisaran 24,877 nm – 22,025 nm menandakan bahwa partikel tergolong dalam nanomaterial. Semakin kecil ukuran partikel maka semakin luas permukaan partikel sehingga meningkatkan

kerja dari katalis. Luas permukaan partikel yang semakin besar menyebabkan kontak antara katalis dan reaktan semakin sempurna (Husin, 2011).

Analisa secara semi-kuantitatif untuk mengidentifikasi senyawa secara spesifik,

selanjutnya dihitung menggunakan metode RIR (*Reference Intensity Ratio*) menggunakan data XRD. Komposisi penyusun pada cangkang telur bebek sebelum dan sesudah kalsinasi ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2: Komposisi cangkang telur bebek sebelum dan sesudah kalsinasi

Sampel Data	Senyawa	Fasa	Intensitas	RIR	%
Cangkang Telur Bebek	CaCO ₃	Calcite	100	3,13	100
700°C	CaCO ₃	Calcite	100	3,13	100
800°C	CaCO ₃	Calcite	88,45	3,13	38,35
	CaO	Lime	100	4,4	60,96
	Ca(OH) ₂	Portlandite	1,43	3,48	0,69
900°C	CaCO ₃	Calcite	0,83	3,13	0,59
	CaO	Lime	100	4,4	99,19
	Ca(OH) ₂	Portlandite	0,29	3,48	0,23
1000°C	CaCO ₃	Calcite	1,3	3,13	0,91
	CaO	Lime	100	4,4	98,33
	Ca(OH) ₂	Portlandite	0,98	3,48	0,76

Sumber: (Penulis, 2021)

Metode ini menentukan komposisi senyawa berdasarkan mineral dengan intensitas tertinggi yang terdeteksi di XRD dan tidak termasuk senyawa penyusun seperti air dan senyawa organik (Ramos, 2011). Pada Tabel 5.3 menunjukkan komposisi penyusun cangkang telur bebek sebelum kalsinasi dan setelah kalsinasi pada suhu 700°C adalah CaCO₃ dengan fasa calcite. Suhu kalsinasi 800°C mempunyai komposisi yang paling tinggi adalah CaO sebesar 60,96% yang menunjukkan pembentukan CaO pada suhu ini sudah melebihi setengah dari CaCO₃. Sedangkan pada suhu kalsinasi 900°C dan 1000°C mempunyai komposisi CaO melebihi 90%, dan masih terdeteksi senyawa CaCO₃ yang belum terdekomposisi menjadi CaO. Selain itu juga terdeteksi senyawa minoritas yaitu Ca(OH)₂ di bawah 1%.

Menurut Husin (2011) kristalinitas senyawa akan terus meningkat dengan

kenaikan suhu kalsinasi sampai kristal terbentuk secara sempurna. Kalsinasi pada suhu 900°C dibandingkan dengan suhu kalsinasi 1000°C sudah membentuk kristal CaO optimal dengan penggunaan energi yang lebih rendah. Oleh karena itu sampel yang akan digunakan untuk reaksi transesterifikasi adalah sampel dengan suhu kalsinasi 900°C, dimana senyawa CaO sudah optimum terbentuk sebesar 99,19% dan memiliki komposisi senyawa lainnya yang paling rendah sekitar 0,59% untuk CaCO₃ serta 0,23% untuk Ca(OH)₂.

Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi minyak dan metanol serta CaO sebagai katalis untuk reaksi pembentukan biodiesel mekanismenya sebagai berikut:

Sumber: (Cristina, 2012; Rahman, 2018)

Gambar 3: Mekanisme Reaksi Transesterifikasi

Tahap 1 terjadi reaksi CaO dan air, dimana O^{2-} dari CaO bereaksi dengan H^+ dari air membentuk OH^- . Tahap 2 ion hidroksida (OH^-) dari reaksi CaO dan air mengekstrak proton dari metanol (CH_3OH) dan ion hidroksida bereaksi membentuk metoksida anion. Tahap 3 trigliserida bereaksi dengan metoksida anion dimana karbonil karbon trigliserida diserang oleh metoksida anion, kemudian membentuk senyawa antara atau intermediate yang berbentuk tetrahedral. Tahap ini terjadi dengan penataan ulang molekul intermediate untuk membentuk senyawa metil ester dan digliserida anion. Tahap 4 H^+ dari hasil pecahnya metoksida anion bereaksi dengan ion O^- dari digliserida anion sehingga membentuk digliserida. Tahap 5 metoksida anion menyerang

Karbon karbonil yang lain dalam digliserida dan membentuk mono gliserida

dan satu mol metil ester. Tahap ini berlanjut hingga dalam reaksi terbentuk tiga mol metil ester dan satu mol gliserol.

Reaksi transesterifikasi pada penelitian ini menghasilkan *yield* sebesar 92,12%. Penemuan dalam penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Achanai (2013), dimana *yield* biodiesel yang dihasilkan dari minyak sawit dengan katalis cangkang telur bebek 20wt%(b/b) sebesar 92%. Metil Ester hasil reaksi transesterifikasi dianalisis menggunakan GC (*Gas Chromatography*). Instrumen yang digunakan bertujuan untuk mengidentifikasi komposisi senyawa dalam sampel berdasarkan fragmentasi dan kelimpahan dari molekul yang terbentuk. Berikut merupakan komposisi metil ester hasil analisis GC.

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Peak Report TIC		A/H	Mark
						Height	Height%		
1	15.118	15.050	15.250	3529668	6.33	760691	4.87	4.64	
2	20.418	20.308	20.508	35270681	63.26	9797282	62.73	3.60	
3	20.684	20.625	20.775	343827	0.62	94300	0.60	3.68	MI
4	25.139	25.058	25.242	11371019	20.40	3421887	21.91	3.32	
5	29.427	29.358	29.525	3805969	6.83	1153895	7.39	3.29	
6	32.873	32.817	32.950	1075401	1.93	291309	1.87	3.69	
7	33.357	33.300	33.417	355793	0.64	99751	0.64	3.53	MI
				55752358	100.00	15619115	100.00		

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 4: Kromatogram senyawa metil ester menggunakan katalis CaO

Hasil pengukuran Analisa GC menunjukkan tujuh puncak yang mengidentifikasi 7 senyawa. Senyawa yang memiliki puncak paling tinggi yaitu senyawa ke 2 ($R_t = 20,418$) yang memiliki luas daerah 63,26%. Sedangkan luas puncak komponen yang paling rendah ditunjukkan pada puncak ketiga ($R_t = 20,684$) dengan luas area sebesar 0,62%. Senyawa metil ester dapat diketahui berdasarkan

Fragmentasi yang dapat dilihat pada beberapa spektrum MS. Kromatogram penelitian ini menghasilkan puncak tertinggi yang merupakan metil laurat. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Satria dan Salahudin (2016) dimana puncak tertinggi metil ester dari minyak kelapa adalah metil laurat dengan luas daerah 63,18% dan spektrum MS nya dapat dilihat pada Gambar 5.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 5: Kromatogram senyawa metil ester minyak kelapa menggunakan katalis NaOH

Gambar 6 merupakan spektra massa komponen dari peak 1 dengan $R_t = 15,118$ menit memberikan puncak-puncak dengan

m/z sebagai berikut: 186, 155, 143, 129, 115, 101, 87, 74, 59, 57, dan 41. Berdasarkan literatur data spektrum spektra

massa menunjukkan bahwa komponen pada $R_t = 15,118$ adalah senyawa metil kaprat (metil dekanoat). Mekanisme dari pola

fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 7.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 6: Peak 1 Spektra MS $R_t = 15,118$

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 7: Mekanisme fragmentasi metil kaprat

Gambar 8 merupakan spektra massa komponen dari peak 2 dengan $R_t = 20,418$ menit memberikan puncak-puncak dengan m/z sebagai berikut: 214, 199, 183, 171, 157,

143, 129, 115, 101, 87, 74, 57, dan 41. Berdasarkan literatur data spektrum spektra massa menunjukkan bahwa komponen pada $R_t = 20,418$ adalah senyawa metil laurat

(metil dodekanoat). Mekanisme dari pola fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 9.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 8: Peak 2 Spekta MS Rt = 20,418

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 9: Mekanisme fragmentasi metil laurat

Gambar 10 merupakan spektra massa komponen peak 3 dengan Rt = 20, 684 menit memberikan puncak-puncak dengan m/z sebagai berikut: 214, 183, 171, 157, 143, 129, 115, 101, 97, 87, 74, 59, dan 41. Berdasarkan literatur data spektrum spektra

massa menunjukkan bahwa komponen pada Rt = 20,684 adalah senyawa metil laurat (metil dodekanoat). Mekanisme dari pola fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 11.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 10: Peak 3 Spekta MS Rt = 20, 684

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 11: Mekanisme fragmentasi metil laurat

Gambar 12 merupakan spetra massa komponen peak 4 dengan $R_t = 25,139$ menit memberikan puncak-puncak dengan m/z sebagai berikut: 242, 211, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 115, 101, 87, 74, 57, dan 41. Berdasarkan literatur data spektrum spetra

massa menunjukkan bahwa komponen pada $R_t = 25,139$ adalah senyawa metil miristat (metil tetradekanoat). Mekanisme dari pola fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 13.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 12: Peak 4 Spektra MS $R_t = 25,139$

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 13: Mekanisme fragmentasi metil miristat

Gambar 14 merupakan spetra massa komponen peak 5 dengan $R_t = 29,427$ menit memberikan puncak-puncak dengan m/z

sebagai berikut: 270, 239, 227, 213, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 115, 101, 87, 74, 57, dan 41.

Berdasarkan literatur data spektrum spetra massa menunjukkan bahwa komponen pada $R_t = 29,427$ adalah senyawa metil palmitat (metil heksadekanoat).

Mekanisme dari pola fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 15.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 14: Peak 5 Spektra MS $R_t = 29,427$

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 15: Mekanisme fragmentasi metil palmitat

Gambar 16 merupakan spetra massa komponen peak 6 dengan $R_t = 32,873$ menit memberikan puncak-puncak dengan m/z sebagai berikut: 264, 222, 180, 166, 137, 123, 97, 83, 74, 69, 55, dan 41. Berdasarkan literatur data spektrum spetra massa

menunjukkan bahwa komponen pada $R_t = 32,873$ adalah senyawa metil oleat (metil cis-9-oktadekanoat). Mekanisme dari pola fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 17.

Sumber: (Penulis, 2021)

Gambar 16 Peak 6 Spektra MS Rt = 32,873

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 17:Mekanisme fragmentasi metil oleat

Gambar 18 merupakan spektra massa komponen peak 7 dengan $R_t = 33,357$ menit memberikan puncak-puncak dengan m/z sebagai berikut: 298, 255, 199, 143, 129, 101, 87, 74, 57, 43 dan 41. Berdasarkan literatur data spektrum spektra massa

menunjukkan bahwa komponen pada $R_t = 33,357$ adalah senyawa metil stearat (metil oktadekanoat). Mekanisme dari pola fragmentasi senyawa selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 19.

Sumber: (Penulis,2021)

Gambar 18: Peak 7 Spektra MS $R_t = 33,357$

Berikut data kandungan senyawa metil ester hasil analisis sampel.

Tabel 3 Komposisi Metil ester dari minyak kelapa

Peak	Waktu Retensi	Nama	BM(g/mol)	Area(%)
1	15,118	Metil Kaprat	186	6,33
2	20,418	Metil Laurat	214	63,26
3	20,684	Metil Laurat	214	0,62
4	25,139	Metil Miristat	242	20,4
5	29,427	Metil Palmitat	270	6,83
6	32,873	Metil Oleat	296	1,93
7	33,357	Metil Stearat	298	0,64

dimana minyak kelapa terdiri dari komponen penyusun utama yaitu asam laurat.

Analisis densitas hasil biodiesel dari minyak kelapa memiliki densitas sebesar

859 kg/m³. Parameter Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk densitas biodiesel memiliki nilai kisaran 850 – 890 kg/m³. Dari hasil tersebut di atas densitas biodiesel sudah memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI).

2. Analisa viskositas kinematika

Hasil Analisa biodiesel memiliki nilai viskositas kinematik sebesar 11,6 mm²/s. Sedangkan parameter Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk viskositas kinematik biodiesel memiliki nilai kisaran antara 2,3 – 6 mm²/s. Viskositas biodiesel yang tinggi dapat juga dipengaruhi oleh kandungan trigliserida yang tidak bereaksi dengan metanol, dan komposisi asam lemak penyusun metil ester serta kontaminasi gliserin pada metil ester (Bajpai dan Tyagi, 2006).

3. Analisa angka setana

Analisa biodiesel minyak kelapa mempunyai angka setana sebesar 55,7 sedangkan nilai angka setana untuk solar adalah sebesar 45. Hasil analisis angka setana biodiesel minyak kelapa sudah memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI) dimana bilangan setana suatu biodiesel bernilai minimal 51.

4. Analisa residu karbon

Biodiesel dari minyak kelapa pada penelitian ini memiliki residu karbon sebesar 0,37%. Nilai residu karbon dari hasil analisis biodiesel minyak kelapa hampir memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI) dimana nilai residu karbon biodiesel maksimal 0,3%.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisa dan karakterisasi katalis CaO dari cangkang telur bebek dan biodiesel dari minyak kelapa, maka kesimpulan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Suhu kalsinasi yang menghasilkan CaO dengan pengotor paling sedikit adalah kalsinasi pada suhu 900°C, sedangkan

pada suhu kalsinasi 700°C belum terbentuk CaO, suhu kalsinasi 800°C CaO sudah terbentuk akan tetapi masih banyak mengandung CaCO₃, suhu kalsinasi 1000°C terbentuk CaO akan tetapi kandungan CaCO₃ dan Ca(OH)₂ lebih banyak dibandingkan dengan suhu kalsinasi 900°C.

2. Proses transesterifikasi menghasilkan yield sebesar 92,12%. Kandungan metil ester dari minyak kelapa berdasarkan presentase area paling tinggi adalah metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil kaprat, metil oleat dan metil stearat.
3. Pengujian karakteristik biodiesel terhadap densitas, viskositas kinematik, angka setana, dan residu karbon menghasilkan nilai densitas 859 kg/m³, viskositas kinematik 11,6 mm²/s, angka setana 55,7 dan residu karbon 0,37% (b/b).

DAFTAR PUSTAKA

- Bajpai, D., Tyagi, V., K. (2006). Biodiesel: Source, production, composition, properties and its benefits. *Journal of Oleo Science*. 55 (10): 487-502
- Correia, L, M, *et al.* (2014). Characterization Of Calcium Oxide Catalysts From Natural Sources And Their Application In The Transesterification Of Sunflower Oil. *Bioresource technology*. 151 (1): 207-213
- Christina, N., Edwin, S., Herman, H., dan Yohanes, K. (2012). Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Nyamplung Dengan Menggunakan Katalis Berbasis Kalsium. *Jurnal Ilmiah*. Issn 1412-7350
- Fadhilah, R., Rizmahardian, A, K., Margarita, M I. (2015). Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Ale-Ale (*Meretrix Spp*) Sebagai Material Graft Tulang.

- Jurnal Majalah Ilmiah Al Ribaath*. 12 (1): 44-60
- Huang, Y., Zheng, X., Yin, Z., Tao, F., Fang, B., dan Hou, K. (2007). Preparation of Nitrogen-Doped TiO_2 Nanopartikel Catalys and Its Catalytic Activity Under Visible Light. *Chin J Chem Eng*. 15 (6): 802-807
- Husin, H., *et al.* (2011). Green Fabrication of La-Doped TiO_2 Via H_2O_2 Assisted Sol-Gel Route for Photocatalytic Hydrogen Production. *Applied Catalysis B-environmental*. 102 (1-2): 343-351.
- Kouzu, M., dan Hidaka, J. (2012). Transesterification of Vegetable Oil into Biodiesel Catalyzed by CaO : a review. *Journal Fuel* 93 (1): 1-12
- Lesbani, A., Palita, T., Risfidian, M., dan Fahmariyanti. (2013). Preparation of Calcium Oxide from *Achatina Fulica* As Catalyst For Production of Biodiesel From Waste Cooking Oil. *Indo. J. Chem*. 13 (2):176 – 180
- Mohadi, R., Lesbani, A, dan Susie, Y. (2013). Preparasi dan Karakterisasi Kalsium Oksida (CaO) dari Tulang Ayam. *Jurnal Chemistry*, 6 (2): 76-80
- Prastyo, H, S., Margaretha, Y, Y., Ayucitra, A, dan Ismadji S. (2011). Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Menggunakan Katalis Padat dari cangkang Keong mas (*Pomacea sp.*). Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung.
- Ramos, M, J, D., dan Díaz, H, J. (2011). Pathways for Quantitative Analysis by X-Ray Diffraction. *Journal Mineralogy and Petrology*. 73-92
- Rahman, M, A. (2018). Valorization of harmful algae *E. compressa* for biodiesel production in presence of chicken waste derived catalyst. *Journal Renewable Energy*. 129(1): 132-140
- Satria, P, D., dan Salahudin, M. (2016). Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa dengan Katalis NaOH Menggunakan Gelombang Mikro (Microwave) Secara Kontinyu. *Jurnal Teknik ITS*. 5 (1): 2337-3559
- Singh, N, B., dan Singh, N, P. (2005). Formation Of CaO From Thermal Decomposition Of Calcium Carbonate In The Presence Of Carboxylic Acids. *Journal Therm*. 89(1):159–162
- Stadelman, W, J. (2000). *Eggs and egg products In Encyclopedia of Food Science and Technology second ed.* New York: Jhon Wiley and Sons.
- Wei, Z., Xu, C., Li, B. (2009). Application of Waste Eggshell As Low-Cost Solid Catalyst For Biodiesel Production. *Bioresource Technology*. 100(11):2883-2885
- Zuhra., Husni, H., Fikri, H., Wahyu, R. (2015). Preparasi Katalis Abu Kulit Kerang Untuk Transesterifikasi Minyak Nyamplung Menjadi Biodiesel. *Jurnal Agritech*, 35(1):69-77