

Sintesis Kalsium Aluminat (CaAl_2O_4) Dengan Variasi Asam Sitrat Dan Suhu Kalsinasi Menggunakan Metode Sol-Gel Sebagai Katalis Biodiesel

(Synthesis Of Calcium Aluminate (CaAl_2O_4) With Variation Citrid Acid And Calcination Temperature Using Sol-Gel Method As A Biodiesel Catalyst)

Siti Zulaicha, Suwardiyanto^{*}, Novita Andarini
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember
Jl. Kalimantan 37 Jember 68121

^{*}Penulis Korespondensi E-mail: antok.fmipa@unej.ac.id

Abstrak

Kalsium aluminat (CaAl_2O_4) disintesis menggunakan metode sol-gel sebagai katalis biodiesel. Jumlah mol asam sitrat dan suhu kalsinasi berpengaruh terhadap fasa material yang dihasilkan. Perbandingan mol (Ca^{2+} dan Al^{3+}) : asam sitrat yang digunakan yaitu 1:1; 1:2; dan 1:3 mol, sedangkan variasi suhu kalsinasinya yaitu 700, 800, dan 900 °C. Material hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk, dan diolah lebih lanjut dengan program *FindIt* dan *Match!* untuk mengetahui komposisi phase hasil sintesis. Hasil XRD menunjukkan peningkatan kristalinitas dengan kenaikan suhu kalsinasi dan konsentrasi CaAl_2O_4 meningkat dengan kenaikan jumlah mol asam sitrat yang digunakan. Material katalis yang disintesis pada perbandingan 1:3 mol yang dikalsinasi pada suhu 900 °C diuji dalam reaksi transesterifikasi untuk mengetahui aktivitasnya sebagai katalis biodiesel. Metil ester hasil reaksi transesterifikasi dianalisa GC-MS untuk mengetahui komposisi FAME dan menentukan konversinya. Katalis ini mampu mengkonversi 33,78 % minyak sawit menjadi metil esternya.

Kata Kunci: CaAl_2O_4 , asam sitrat, biodiesel, kalsinasi, sol-gel.

Abstract

*Calcium aluminate (CaAl_2O_4) has been synthesized by sol-gel method to be applied as a biodiesel catalyst. The amount of citric acid used in the synthesis and calcination temperature affected the product of synthesis. The mole ratios of (Ca^{2+} and Al^{3+}) : citric acid are 1:1; 1:2; and 1:3, while the calcination temperature are 700, 800, and 900 °C. Synthesized materials were characterized by XRD to determine the phases formed, and further processed with the *FindIt* and *Match!* to determine the concentration of CaAl_2O_4 and the impurities. The crystallinity of synthesis product increased with the calcination temperature and concentration of CaAl_2O_4 also increased with the mole of citric acid. The material synthesized with mole ratio of 1: 3 mol and calcined at 900 °C was tested in the transesterification reaction to determine its activity as a biodiesel catalyst. The methyl ester from the transesterification reaction was analyzed by GC-MS to determine the composition of FAME and the conversion. This catalyst could convert 33.78 % of feed into their methyl ester.*

Keywords: CaAl_2O_4 , biodiesel, calcination, citric acid, sol-gel.

PENDAHULUAN

Konsumsi energi terbarukan penduduk Indonesia pada tahun 2016 sangat rendah yaitu 1,46 % dari 175 MTOE (*Million Tonnes Oil Equivalent*) [1]. 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 [2]. Katalis dalam produksi biodiesel ada dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Aktivitas dan selektivitas katalis homogen cukup tinggi, namun susah dipisahkan dari produk biodiesel karena dalam satu fasa [3]. Selain itu, katalis homogen dapat bereaksi dengan asam lemak bebas membentuk sabun sehingga dapat menurunkan *yield* dan masih membutuhkan proses pemisahan [4]. Katalis heterogen memiliki fasa berbeda dengan fasa reaktan dan fasa produk sehingga mudah dipisahkan dari

produk, tidak korosif, kestabilan termalnya tinggi, dapat digunakan kembali, dan mudah diregenerasi [5,6].

Saat ini banyak inovasi untuk mengembangkan katalis alkali padat berpenyangga alumina sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel salah satu contohnya adalah katalis kalsium aluminat. Kelebihan katalis kalsium aluminat diantaranya harga kalsium yang lebih murah, distribusi ukuran pori alumina yang cukup besar, titik lelehnya tinggi, serta luas permukaan spesifik dan stabilitas situs aktifnya lebih tinggi sehingga digunakan sebagai katalis heterogen [7,8,9]. Aktivitas $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam reaksi transesterifikasi menghasilkan biodiesel *yield* mencapai 96,6% [10]. 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 °C selama 4 jam menggunakan minyak canola dengan perbandingan molar 12:1 untuk metanol dan minyak, serta katalis sebanyak 3,5 %berat [11].

Sintesis katalis kalsium aluminat (CaAl_2O_4) dapat dilakukan dengan beberapa metode seperti *solid state*, *combustion*, kopresipitasi. Kekurangan beberapa metode tersebut yaitu biayanya relatif mahal dan suhu kalsinasi yang digunakan cukup tinggi [11,12,13]. Sehingga 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 *combustion*, 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 [14,15].

Berdasarkan uraian di atas maka studi ini mempelajari sintesis CaAl_2O_4 sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel menggunakan metode sol-gel. CaAl_2O_4 dengan fasa rhombik dan monoklinik berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel yang dikalsinasi pada suhu 1000 °C dengan perbandingan stoikiometri material awal $\text{Ca}^{2+} : \text{Al}^{3+} : \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (asam sitrat) = 1 : 2 : 3 mol [16]. Penggunaan variasi jumlah mol asam sitrat diharapkan memberikan pengaruh terhadap pembentukan fasa CaAl_2O_4 sehingga kalsinasi dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat: gelas beaker, gelas ukur, 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).

Bahan: $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Merck p.a, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ SAP e.p, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$, H_2O SAP e.p, NaOH Merck p.a, akuades, metanol Merck p.a, MgSO_4 teknis, dan minyak goreng sawit SunCo produksi PT. Megasurya Mas.

Preparasi Katalis

Aluminium nitrat, kalsium nitrat, dan asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) dengan perbandingan stoikiometri seperti pada Tabel 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 °C agar reaksi kompleksasi sempurna membentuk gel. Gel yang terbentuk dikeringkan selama 6 jam pada suhu 130 °C hingga terbentuk Xerogel. Xerogel yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada suhu 700, 800, dan 900 °C selama 24 jam.

Analisa Data X-Ray Diffraction (XRD)

Serbuk CaAl_2O_4 yang berwarna putih dikarakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD). 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

Tabel 1. Perbandingan stoikiometri reaktan

Sampel	I (1:1)	II (1:2)	III (1:3)
Ca^{2+} (mol)	0.005	0,005	0,005
Al^{3+} (mol)	0.01	0,01	0,01
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (mol)	0.015	0.03	0.045
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (gram)	1.18	1,18	1,18
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (gram)	3.75	3,75	3,75
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (gram)	3.15	6,3	9,45

Reaksi Transesterifikasi

Aktivitas katalis ditentukan dari % konversi metil ester berdasarkan hasil reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan metanol. Reaksi transesterifikasi 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 °C dengan perbandingan mol metanol:minyak yaitu 12:1 dalam labu alas bulat yang sudah terpasang dengan alat refluks. Campuran diaduk selama 3 jam dan dipanaskan sampai 65 °C menggunakan penangas minyak. Hasil refluks kemudian dipisahkan menggunakan *centrifuge* dengan kecepatan 2500 rpm selama 25 menit. Kedua lapisan hasil *centrifuge* diekstraksi dengan air menggunakan corong pisah untuk mengetahui lapisan yang mengandung metil ester dan gliserol. 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.

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. 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, berat molekul metil ester, dan berat teoritisnya. % konversi metil ester ditentukan menggunakan persamaan berikut [10]:

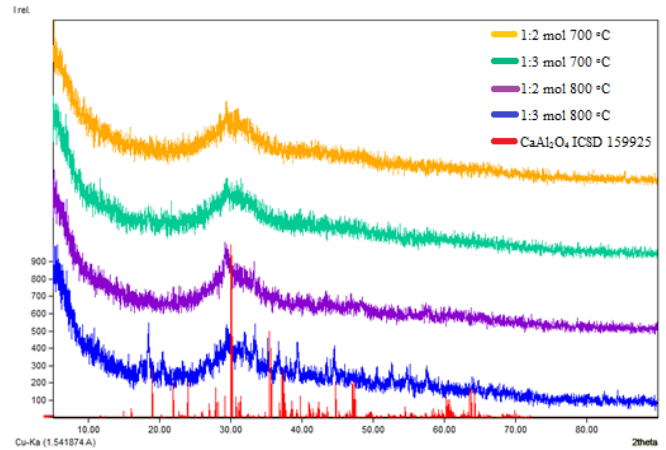
$$\% \text{Conversion} = \frac{\text{berat metil ester}}{\text{berat teoritis}} \times 100 \quad (1)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Variasi Asam Sitrat dan Suhu Kalsinasi terhadap Pembentukan Fasa CaAl_2O_4

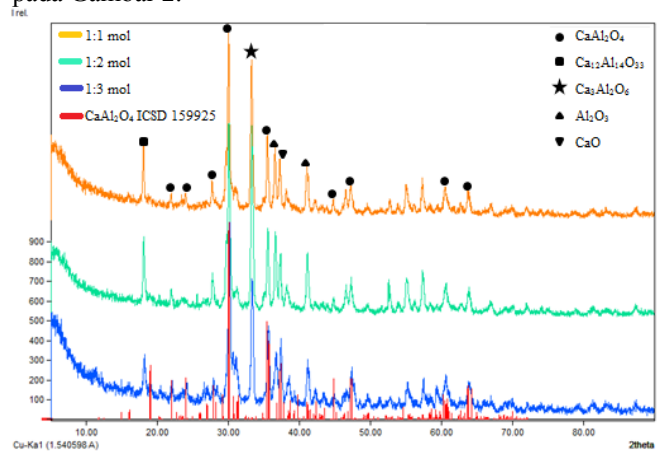
Fasa CaAl_2O_4 yang terbentuk dapat diketahui melalui hasil analisa *X-Ray Diffraction* (XRD). Serbuk CaAl_2O_4 pada perbandingan 1:1 mol (mol Ca^{2+} dan Al^{3+} : asam sitrat) yang dikalsinasi pada suhu 700 dan 800 °C berwarna kehitaman sehingga tidak dilakukan analisa XRD karena diduga masih mengandung karbon dari asam sitrat. Perbandingan jumlah mol asam sitrat sebagai ligan dengan Al^{3+} dan Ca^{2+} sebagai atom pusat harus sesuai agar dihasilkan kompleks polimer dengan ligan jembatan. Sedangkan jika perbandingan jumlah mol asam sitrat terlalu sedikit maka polimerisasinya tidak sempurna, bahkan tidak terbentuk kompleks. Sintesis dengan perbandingan mol 1:1 dimungkinkan belum mengompleks sempurna dan dimungkinkan membentuk kompleks tridentat dengan asam sitrat, sehingga asam sitrat susah dibakar saat dikalsinasi dan dihasilkan serbuk kehitaman. Sintesis dengan perbandingan mol 1:2 dimungkinkan membentuk kompleks bidentat dengan air sehingga asam sitrat lebih mudah dibakar dan dihasilkan serbuk putih. Sedangkan untuk perbandingan mol 1:3 dimungkinkan asam sitrat bertindak sebagai ligan bidentat yang berikatan dengan atom pusat membentuk kompleks polimer dengan ligan jembatan sehingga mempermudah asam sitrat terbakar dan dihasilkan serbuk putih.

Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 pada suhu kalsinasi 700 dan 800 °C menunjukkan puncak melebar seperti pada Gambar 1 yang berarti bahwa senyawa yang terbentuk memiliki kristalinitas rendah. Berdasarkan Gambar 1 dapat diketahui bahwa material hasil sintesis dengan jumlah mol asam sitrat yang semakin besar dan suhu kalsinasi yang semakin tinggi menunjukkan karakter kristal semakin jelas. Kenaikan suhu kalsinasi berpengaruh terhadap fasa suatu material, ketika suatu material dipanaskan maka akan terjadi peningkatan energi yang memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar sehingga terjadi perubahan fasa dan struktur akibat dari kenaikan suhu [17]. Suhu yang meningkat juga menyebabkan difusi atom dan oksidasi meningkat sehingga nukleus-nukleus akan saling menyatu membentuk ukuran butir kristal yang besar. Ukuran kristal yang semakin besar maka lebar setengah puncak semakin kecil, sehingga puncak difraksi muncul semakin tinggi dan tajam [18].



Gambar 1. Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 pada suhu 700 dan 800 °C

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. Hasil ini sesuai dengan standar ICSD 159925 bahwa CaAl_2O_4 memiliki sistem kristal monoklinik dengan *space group* $P121/n1$, unit selnya $a=8,694 \text{ \AA}$, $b=8,093 \text{ \AA}$, $c=15,209 \text{ \AA}$, dan $\alpha=\gamma=90^\circ$, $\beta=90,16^\circ$, serta sudut $2\theta = 30,086^\circ$ dan *d-spacing* $2,9704 \text{ \AA}$ pada intensitas tertingginya. Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram serbuk CaAl_2O_4 pada suhu 900 °C

Gambar 2 tersebut menunjukkan pola difraksi yang berbeda untuk setiap variasi asam sitrat. Puncak pengotor yang terdapat pada hasil XRD serbuk CaAl_2O_4 pada suhu kalsinasi 900 °C memiliki intensitas yang berbeda untuk setiap variasi asam sitrat. Berdasarkan Gambar 2 dapat diketahui bahwa CaAl_2O_4 dengan perbandingan 1:3 mol (asam sitrat 3 mol) memiliki puncak CaAl_2O_4 lebih dominan dan puncak pengotornya memiliki intensitas terendah dibanding lainnya.

Banyaknya kemungkinan pengotor yang terdapat pada

puncak difraksi material hasil sintesis CaAl_2O_4 pada suhu kalsinasi 900°C diketahui dari hasil perhitungan aplikasi *Match* ditunjukkan pada Tabel 2. Pengotor yang terdapat pada serbuk CaAl_2O_4 diantaranya adalah CaO , Al_2O_3 , serta senyawaan kalsium aluminat lainnya yaitu $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ (Mayenit) dan $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (Tri-kalsium dialuminat). Berdasarkan data pada Tabel 2 menunjukkan bahwa perbandingan mol asam sitrat berpengaruh terhadap banyaknya pengotor dan target material hasil sintesis. Semakin besar variasi jumlah mol asam sitrat, % pengotornya semakin rendah dan % senyawa targetnya semakin tinggi. Asam sitrat yang semakin banyak maka semakin mudah Al dan Ca bercampur membentuk kompleks sehingga fasa CaAl_2O_4 yang terbentuk semakin banyak dan pengotornya semakin sedikit.

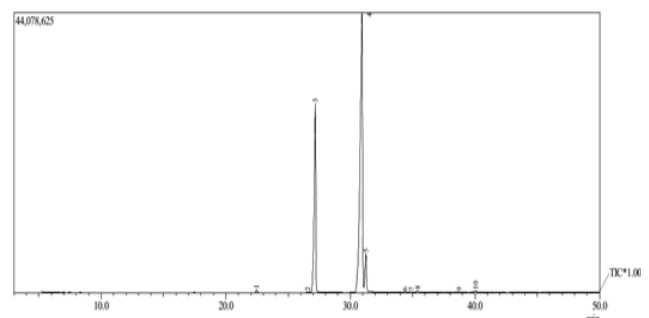
Tabel 2. Jumlah pengotor dan senyawa target hasil XRD suhu kalsinasi 900°C

Senyawa	Perbandingan mol (Ca^{2+} , Al^{3+}) : Asam Sitrat		
	1:1 mol	1:2 mol	1:3 mol
$\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ (%)	26.9	22.6	5.9
$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (%)	-	11.3	12.4
CaO (%)	7.8	0.2	9.1
Al_2O_3 (%)	24.9	23.1	9.6
CaAl_2O_4 (%)	40.5	42.8	63.1

Perbandingan jumlah mol asam sitrat dan ion logam berpengaruh terhadap penyusunan kompleks polimer. Kompleks polimer harus tersusun dengan baik agar dihasilkan CaAl_2O_4 satu fasa. Perbandingan jumlah mol asam sitrat sebagai ligan dengan Al^{3+} dan Ca^{2+} sebagai atom pusat harus sesuai agar dihasilkan kompleks polimer dengan ligan jembatan. Sedangkan jika perbandingan jumlah mol asam sitrat terlalu sedikit maka polimerisasinya tidak sempurna, bahkan tidak terbentuk kompleks. CaAl_2O_4 dengan perbandingan (Al^{3+} dan Ca^{2+}) : asam sitrat = 1:1 mol dimungkinkan belum mengompleks sempurna dan dimungkinkan membentuk kompleks tridentat dengan asam sitrat, sedangkan CaAl_2O_4 dengan perbandingan 1:2 mol (asam sitrat 2 mol) dimungkinkan membentuk kompleks bidentat dengan air dan berkemungkinan juga membentuk kompleks tridentat, sehingga pengotornya banyak dan fasa CaAl_2O_4 yang terbentuk lebih sedikit. CaAl_2O_4 untuk perbandingan 1:3 mol (asam sitrat 3 mol) dimungkinkan asam sitrat bertindak sebagai ligan bidentat yang berikatan dengan atom pusat (Al^{3+} , Ca^{2+}) membentuk kompleks polimer dengan ligan jembatan sehingga asam sitrat lebih mudah dibakar menghasilkan fasa CaAl_2O_4 lebih banyak dan sedikit pengotornya. Berdasarkan hal tersebut maka serbuk CaAl_2O_4 yang digunakan sebagai katalis biodiesel dalam reaksi transesterifikasi adalah CaAl_2O_4 dengan perbandingan 1:3 mol (asam sitrat 3 mol) karena memiliki % pengotor paling sedikit dan % fasa CaAl_2O_4 paling besar dibandingkan lainnya.

Aktivitas CaAl_2O_4 sebagai Katalis Biodiesel

Katalis CaAl_2O_4 dengan perbandingan mol 1:3 (asam sitrat 3 mol) diuji aktivitasnya dalam reaksi transesterifikasi dan dibandingkan dengan katalis NaOH . Produk hasil reaksi ini terdapat dua fasa sehingga dilakukan ekstraksi dengan air dan diperoleh metil ester pada fasa atas, sedangkan hasil dengan katalis NaOH membentuk sabun pada lapisan bawah hasil reaksi samping yaitu saponifikasi menghasilkan sabun [4]. Komposisi kandungan FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) yang terbentuk diketahui dari hasil analisa *Gas Chromatography - Mass Spectrometry* (GC-MS). Kromatogram hasil analisa GC-MS dapat dilihat pada Gambar 3, diketahui bahwa terdapat 10 puncak yang terdeteksi sebagai *fatty acid methyl ester* (FAME), namun hanya 3 puncak yang memiliki kelimpahan paling besar. Senyawa dari ketiga puncak tersebut diketahui dari spektrum massa dengan nilai *similarity index* (SI) tertinggi yang dapat dilihat pada Tabel 3.



Gambar 3. Kromatogram metil ester

Tabel 3. Hasil analisa GC-MS sampel metil ester

Puncak	Waktu retensi (menit)	% Area	Senyawa	Rumus molekul
3	27.18	28.82	Metil palmitat	$\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$ (C16:0)
4	30.93	62.74	Metil oleat	$\text{C}_{19}\text{H}_{36}\text{O}_2$ (C18:1)
5	31.23	6.6	Metil stearat	$\text{C}_{19}\text{H}_{38}\text{O}_2$ (C18:0)

Ketiga puncak dengan % area tertinggi berturut-turut yaitu metil oleat, metil palmitat, dan metil stearat. Lemak yang umum digunakan sebagai bahan dasar pembuatan biofuel merupakan trigliserida yang mengandung asam palmitat, stearat, dan oleat [19]. Berdasarkan % area dan puncak metil ester yang dihasilkan maka dapat ditentukan konversi metil ester untuk mengetahui aktivitas katalis CaAl_2O_4 . 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 yang digunakan untuk menentukan berat teoritisnya yaitu sebesar 8,926 gram. Berat metil ester hasil percobaan dan berat teoritisnya digunakan untuk menentukan konversi metil ester. Nilai konversi metil ester dengan katalis CaAl_2O_4 sebesar 33,78%. Nilai tersebut lebih rendah dibandingkan dengan katalis NaOH yaitu sebesar 80,05%. Namun, nilai konversi dengan katalis CaAl_2O_4 lebih tinggi jika dibandingkan hasil

penelitian sebelumnya yang melaporkan bahwa aktivitas katalis CaAl_2O_4 sebesar 25,1% [11].

CaAl_2O_4 merupakan katalis basa heterogen, sedangkan NaOH adalah katalis basa homogen. Katalis basa homogen memiliki kemampuan katalisator yang tinggi sehingga konversinya lebih tinggi dari katalis basa heterogen [20]. NaOH yang merupakan basa kuat dibandingkan CaAl_2O_4 memungkinkan memiliki aktivitas dan kebasaaan yang tinggi sehingga konversinya lebih besar. Aktivitas dan kebasaaan katalis CaAl_2O_4 meningkat dengan penambahan KOH [11].

Hal ini menunjukkan bahwa aktivitas katalis dalam produksi biodiesel meningkat dengan meningkatnya kebasaaan katalis.

KESIMPULAN

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 . Aktivitas CaAl_2O_4 sebagai katalis biodiesel diketahui berdasarkan konversi metil ester hasil reaksi transesterifikasi yaitu sebesar 33,78%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah memberikan sarana dan prasarana dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] BP Statistical Review of World Energy, *Konsumsi Energi Menurut Jenis 2016*, Indonesia: BP Statistical Review of World Energy, 2017.
- [2] A. Sivasamy, K. Y. Cheah, P. Fornasiero, F. Kemausuor, S. Zinoviev, and S. Miertus, S, Catalytic applications in the production of biodiesel from vegetable oils, *J. Chem. Sus. Chem*, vol. 2, pp. 278-300, 2009.
- [3] Benessere, V. M. E. Cucciolo, R. Esposito, M. Lega, R. Turco, and F. Ruffo, A novel and robust homogeneous supported catalyst for biodiesel production, *Fuel*, vol. 171, pp. 1-4, 2016.
- [4] M. Kim, C. Maggio, S. O. Salley, and N. K. Y. Simon. A new generation of zirconia supported metal oxide catalysts for converting low grade renewable feedstocks to biodiesel, *Bioresour Technol*, vol. 118, pp. 37-42, 2012.
- [5] L. H. Tamborini, M. E. Casco, M. P. Militello, J. Silvestre-Albero, C. A. Barbero, and D. F. Acevedo, Sulfonated porous carbon catalysts for biodiesel production: clear effect of the carbon particle size on the catalyst synthesis and properties, *Fuel Process Technol*, vol. 149, pp. 209-217, 2016.
- [6] I. Istadi, D. D. Anggoro, L. Buchori, D. A. Rahmawati, and D. Intaningrum, Active acid catalyst of sulphated zinc oxide for transesterification of soybean oil with methanol to biodiesel, *Proc Environ Sci*, vol. 23, pp. 385-393, 2015.
- [7] C. Komintarachat and S. Chuepeng, Solid acid catalyst for biodiesel production from waste used cooking oils, *Ind Eng Chem Res*, vol. 48, pp. 9350-9353, 2009.
- [8] S. Yan, H. Lu, and B. Liang, Supported CaO catalysts used in the transesterification of rapeseed oil for the purpose of biodiesel production, *Energy Fuels*, Vol. 22, pp. 646-651, 2007.
- [9] G. Moradi, M. Mohadesi, R. Rezaei, and R. Moradi, Biodiesel production using $\text{CaO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ catalyst synthesized by sol-gel method, *Can J Chem Eng*, vol. 93, pp. 1531-1538, 2015.
- [10] E. S. Umdu and E. Seker, 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*, vol. 106, pp. 178-181, 2012.
- [11] H. Nayebezhadeh, N. Saghatoleslami, and M. Tabasizadeh, Optimization of the activity of KOH/Calcium aluminate nanocatalyst for biodiesel production using response surface methodology, *J Taiwan Inst Chem Eng*, vol. 68, pp. 379-386, 2016.
- [12] M. J. M. Rivas, A. H. D. Aza, and P. Pena, Synthesis of CaAl_2O_4 from powders: particle size effect, *J Eur Ceram Soc*, vol. 25, pp. 3269-3279, 2005.
- [13] A. Ranjbar and M. Rezaei, Low temperature synthesis of nanocrystalline calcium aluminate compounds with surfactant-assisted precipitation method, *Advanced Powder Technology*, vol. 25, pp. 467-471, 2014.
- [14] N. Avci, K. Korthout, M. A. Newton, P. F. Smet, and D. Poelman, Valence states of europium in CaAl_2O_4 : Eu phosphors, *Opt Mater Express*, vol. 2, pp. 321-330, 2012.
- [15] Y. Zhang, J. Chen, C. Xu, Y. Li, and H. J. Seo, Photoluminescence and abnormal reduction of Eu^{3+} ions in CaAl_2O_4 :Eu nanophosphors calcined in air atmosphere, *Physica B: Condensed Matter*, vol. 472, pp. 6-10, 2015.
- [16] L. A. Selyunina, L. N. Mishenina, K. P. Mashkova, and Y. G. Slizhov, Sol-Gel synthesis and sorption properties of calcium monoaluminate, *Russian Journal of Applied Chemistry*, vol. 89, no. 3, pp. 394-399, 2016.
- [17] L. A. Raymond. *The Study of Igneous Sedimentary and Metamorphic Rocks 2nd Edition*. New York: McGraw-Hill. 2002.
- [18] B. D. Chullity. *Element of X-Ray Diffraction (XRD)*. Massachusetts: University of Nortre Dame. 2006.
- [19] M. Zappi, M. Hernandez, D. Sparks, J. Horne, M. Brough, S. M. Arora, and W. D. Motsenbocker, A review of the engineering aspects of the biodiesel industry, *MSU E-TECH Laboratory Report ET-03-003*, Jackson, MS: Mississippi Biomass Council, 2003.
- [20] H. Santoso, I. Kristianto, dan A. Setyadi, Pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar kulit telur, *LPPM*, Bandung: Universitas Katolik Parahyangan, 2013.