

## Sintesis Katalis $SO_4/Fe_2O_3-MgO$ melalui Iradiasi Microwave Dibandingkan dengan Pemanasan Konvensional untuk Produksi Metil Ester

Tamami Nukma Mujnadila, Rahma Amalia\*, Lea Aprilyani, Rosmawati Sipayung,  
Sri Mundarti, Nita Widyastuti, Nazarudin, Oki Alfernando, Ira Galih Prabasari

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Jambi  
Jl. Raya Jambi Muara Bulian Km 15 Desa Mendalo Darat Jambi Indonesia  
Email: rahmaamalia@unja.ac.id

### Abstrak

Konversi katalitik minyak jelantah merupakan landasan produksi biodiesel berkelanjutan, di mana metode sintesis katalis yang efisien sangat menentukan karakteristik material akhir. Studi ini mengkomparasi katalis bifungsional  $SO_4/Fe_2O_3-MgO$  yang disintesis melalui iradiasi gelombang mikro (*microwave*) dan pemanasan konvensional. Karakterisasi material mengungkapkan perbedaan struktural yang signifikan, dimana katalis berbasis *microwave* (M) menunjukkan keunggulan pada analisa pola difraktogram dengan puncak difraksi yang tajam, pita S-O yang lebih signifikan, serta morfologi partikel yang seragam. Sebaliknya, katalis konvensional (H) memperlihatkan fenomena pelebaran puncak difraksi (*peak broadening*), pita S-O yang lebih lantai, dan morfologi yang tidak seragam. Pada kondisi reaksi  $65^\circ C$  dan rasio molar 1:12, kedua katalis menghasilkan *yield* metil ester yang sebanding ( $\sim 86,5\%$ ). Namun, sintesis *microwave* menawarkan keunggulan berupa pengurangan waktu preparasi sintesis katalis dari 17 jam menjadi 30 menit.

**Kata kunci :** Heterogen, Iradiasi Microwave, Katalis, Metil Ester

### Abstract

#### **Synthesis of $SO_4/Fe_2O_3-MgO$ Catalyst via Microwave Irradiation versus Conventional Heating for Methyl Ester Production**

*The catalytic conversion of waste cooking oil constitutes a fundamental approach for sustainable biodiesel production, where the efficiency of catalyst synthesis methods plays a critical role in determining the final material properties. This study presents a comparative evaluation of bifunctional  $SO_4/Fe_2O_3-MgO$  catalysts synthesized through two distinct methods, microwave irradiation and conventional heating. Comprehensive material characterization revealed substantial structural differences between the two synthesis routes. The microwave-synthesized catalyst (M) exhibited superior characteristics, including well-defined diffraction peaks in XRD analysis, more prominent sulfate (S-O) vibrational bands in FTIR spectra, and homogeneous particle morphology. In contrast, the conventionally heated catalyst (H) displayed broader diffraction peaks, less intense S-O bands, and heterogeneous particle distribution. Despite these structural variations, both catalysts achieved comparable catalytic performance under identical reaction conditions ( $65^\circ C$ , WCO:methanol molar ratio of 1:12), producing methyl ester yields of approximately 86.5%. The principal advantage of microwave synthesis lies in its remarkable time efficiency, reducing the total catalyst preparation time from 17 hours to merely 30 minutes, representing a significant advancement in catalyst synthesis methodology.*

**Keywords:** Heterogeneous, Microwave Irradiation, Catalyst, Methyl Ester

### PENDAHULUAN

Salah satu energi alternatif yang signifikan dan tengah dikembangkan secara intensif untuk mensubstitusi bahan bakar minyak konvensional adalah pemanfaatan minyak nabati (*vegetable oil*) yang

\*)Corresponding author

DOI : 10.14710/metana.v22i1.79983

Diterima: 04-12-2025

Disetujui: 14-05-2026

dikonversi menjadi biodiesel. Biodiesel berfungsi sebagai bahan bakar pengganti yang unggul karena karakteristik intrinsiknya, seperti non-toksitas, biodegradabilitas, kadar sulfur yang sangat minim, serta emisi karbon monoksida yang jauh lebih rendah. Selain itu, biodiesel memiliki titik nyala (*flash point*) yang tinggi, bilangan setana (*cetane number*) yang optimal, dan profil emisi gas buang yang lebih ramah lingkungan (Kim *et al.*, 2018). Perkembangan teknologi produksi biodiesel terus berlanjut dengan fokus pada efisiensi proses, efektivitas katalis, dan diversifikasi bahan baku minyak nabati, termasuk minyak jelantah (*waste cooking oil*). Pemanfaatan bahan baku bernilai ekonomi rendah dengan kadar asam tinggi (*high free fatty acid*) dianggap sebagai strategi efisien untuk menekan biaya operasional produksi. Namun, proses transesterifikasi menggunakan katalis basa seringkali tidak efektif pada minyak jelantah, yang memicu reaksi penyabunan, deaktivasi katalis, dan rendahnya yield biodiesel. Kondisi ini mengharuskan adanya tahap pretreatment yang intensif pada WCO, yang pada akhirnya meningkatkan biaya produksi dan mengurangi nilai ekonomis biodiesel (Raharjo *et al.*, 2023).

Dalam beberapa tahun terakhir, penelitian mengenai sintesis katalis heterogen bifungsional asam-basa gencar dilakukan untuk mengolah bahan baku dengan kandungan FFA tinggi seperti WCO. Penggunaan katalis bifungsional ini merupakan kemajuan signifikan untuk menciptakan metode yang efisien dan berkelanjutan, di mana katalis mampu memfasilitasi reaksi esterifikasi dan transesterifikasi secara simultan (Prameswari *et al.*, 2022; Vilas Bôas *et al.*, 2022). Sinergi antara situs asam dan basa memungkinkan konversi yang lebih efektif meskipun terdapat hambatan berupa kadar FFA, air, dan impuritas lain pada WCO. Katalis bifungsional umumnya terbagi menjadi tiga kategori utama berdasarkan strukturnya, yaitu berbasis logam (*metal-based*), karbon (*carbon-based*), dan polimer (*polymer-based*). Sebagai contoh, katalis *graphene* yang didoping ZnCuO/N menunjukkan aktivitas positif terhadap WCO (Kuniyil *et al.*, 2021). Studi lain menunjukkan bahwa katalis bifungsional  $V_2O_5$ -CaO efektif dalam reaksi esterifikasi-transesterifikasi dengan yield tinggi (Mulyatun *et al.*, 2023). Studi-studi ini mengindikasikan bahwa kombinasi oksida logam dalam sistem bifungsional, khususnya perpaduan logam alkali tanah (seperti CaO, MgO) dan logam transisi (seperti Fe, Ni, Co, V), mampu meningkatkan aktivitas katalitik. Salah satu yang potensial adalah katalis berbasis Fe (besi) karena ketersediaannya melimpah, biaya rendah, dan sifat katalitiknya yang menguntungkan. Katalis bifungsional  $\alpha$ - $Fe_2O_3$ /CaO<sub>2</sub> dari pasir besi terbukti efektif meningkatkan transesterifikasi WCO, di mana peningkatan rasio Fe berdampak langsung pada kinerja esterifikasi FFA, menghasilkan biodiesel hingga 96,87% (Prameswari *et al.*, 2022). Kombinasi Fe dan CaO juga menunjukkan stabilitas yang baik untuk penggunaan berulang (Aderibigbe *et al.*, 2021; Aleman-Ramirez *et al.*, 2022).

Meskipun demikian, katalis berbasis Fe tanpa modifikasi memiliki kekuatan asam yang relatif lebih rendah dibanding katalis logam transisi lainnya. Oleh karena itu, metode *sulfated metal oxide* mulai diterapkan sebagai katalis asam heterogen (Tabel 1), di mana proses sulfasi secara signifikan meningkatkan keasaman katalis dengan menciptakan situs asam Brønsted dan Lewis yang lebih kuat (Amalia *et al.*, 2021; Istadi *et al.*, 2022). Katalis *sulfated iron oxide* terbukti menghasilkan konversi dan stabilitas termal yang lebih baik (Lowe *et al.*, 2022). Venkatesh *et al.*, (2023) juga menekankan bahwa katalis berbasis logam pada matriks  $TiO_2$  yang disulfasi memiliki kemampuan setara dengan *sulfated iron oxide* dalam memproses minyak berkualitas rendah. Modifikasi sulfat pada katalis Fe dan Ce oksida bahkan mampu meningkatkan yield dalam waktu reaksi yang lebih singkat dibanding katalis konvensional (Chen *et al.*, 2023). Hal ini menegaskan bahwa metode sulfasi merupakan strategi efektif untuk menciptakan efek sinergis dalam sistem katalitik.

Dalam penelitian ini, dilakukan konversi katalitik minyak jelantah (WCO) menjadi metil ester menggunakan katalis bifungsional  $SO_4/Fe_2O_3$ -MgO. Katalis  $Fe_2O_3$ -MgO disintesis melalui metode ko-presipitasi dan sulfasi  $SO_4$  ke katalis dengan *wet* impregnasi. Dengan tujuan untuk menyederhanakan dan mempercepat proses sintesis katalis, fokus penelitian ini adalah pada penggunaan metode iradiasi gelombang mikro (*microwave*) untuk pembuatan katalis komposit  $Fe_2O_3$ -MgO. Selain itu, pemanasan konvensional digunakan sebagai pembandingan dalam studi ini.

## METODOLOGI

Penelitian ini bersifat eksperimental laboratorium yang bertujuan membandingkan pengaruh metode pemanasan iradiasi *microwave* dan pemanasan konvensional pada proses ko-presipitasi terhadap karakteristik fisik dan kimia katalis  $SO_4/Fe_2O_3$ -MgO yang disintesis. Bahan utama yang digunakan meliputi

besi(III) nitrat nonhidrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) (98,0-101,0%; Hi-AR), magnesium nitrat heksahidrat ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (99,0-102,0%; Merck), amonium sulfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ) (99,5%; Merck), amonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) (25%; Extra Pure), natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) ( $\geq 99,0\%$ ; Merck), dan aquadest. WCO yang diperoleh dari pedagang lokal dan metanol (99,5%; Merck) sebagai bahan baku produksi metil ester.

### Sintesis Katalis heterogen $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -MgO dengan metode ko-presipitasi

Sintesis katalis dimulai dengan melarutkan prekursor  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam aquadest dengan rasio jumlah yang sesuai dengan stoikiometri yang diinginkan. Larutan kemudian diaduk dan dipanaskan pada suhu 80-90°C dengan kecepatan 300 rpm. Proses ko-presipitasi dilakukan dengan menambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% dan  $\text{NaOH}$  0,1 M dengan tetes demi tetes hingga mencapai pH 9-11, sehingga menghasilkan endapan besi(III) hidroksida ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ) dan magnesium hidroksida ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ).

Untuk metode konvensional, endapan hasil ko-presipitasi mengalami proses *aging* pada suhu 45°C dengan pengadukan 300 rpm selama 15 jam untuk kristalisasi dan stabilitas material (Alhassan *et al.*, 2015). Sementara itu, metode iradiasi microwave tidak melalui proses *aging*, melainkan endapan langsung dipindahkan ke dalam teflon microwave digestion dan dipanaskan pada 100°C dengan tekanan 2-3 bar, *heat time* 5 menit, dan *hold time* 15 menit. Kedua metode kemudian dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian endapan menggunakan aquadest hingga filtrat mencapai pH  $\pm 7$ .

Endapan hasil dikeringkan di dalam oven pada 80-90°C selama 8 jam, kemudian dikalsinasi pada 600°C selama 3 jam dengan laju pemanasan 2°C/menit untuk proses reduksi dan menghilangkan sisa nitrat. Selanjutnya dilakukan *wet* impregnasi sulfat dengan mencampurkan serbuk Fe-Mg ke dalam larutan amonium sulfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ) 1 M dengan perbandingan 10 ml larutan per 1 gram padatan. Campuran diaduk pada 50°C selama 3 jam dengan kecepatan 300 rpm, kemudian dikeringkan pada 80-90°C selama 8 jam, dan dikalsinasi kembali pada 500°C selama 3 jam dengan laju pemanasan 2°C/menit untuk mengikat gugus sulfat pada permukaan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -MgO hingga menjadi  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ -MgO(M) dengan iradiasi microwave dan  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ -MgO(H) dengan pemanasan konvensional.

Kristalinitas sampel dianalisis menggunakan difraksi sinar-X serbuk (XRD) dengan radiasi  $\text{Cu K}\alpha$  (1,54 Å, 40 kV/40 mA) pada rentang 10 hingga 90° dengan ukuran langkah (*step size*) 0,01° (0,1 waktu per langkah). Spektrum *Fourier Transform Infrared* (FTIR) diperoleh dengan pengujian menggunakan Interferometer RockSolid pada rentang 400 hingga 4000  $\text{cm}^{-1}$ , FTIR digunakan untuk mengonfirmasi keberadaan gugus ion  $\text{SO}_4^{2-}$  melalui pita serapan khas vibrasi S-O pada 1050-1080  $\text{cm}^{-1}$  (Gardy *et al.*, 2019; A Ramesh *et al.*, 2019), serta menilai perubahan intensitas atau pergeseran pita yang mencerminkan perbedaan kekuatan situs asam pada kedua jenis katalis. Selanjutnya, analisis morfologi katalis heterogen diperiksa menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM, JSM IT-200) yang dioperasikan pada 10 kV.

### Evaluasi Katalis dengan Produksi Metil Ester

Reaksi transesterifikasi dilakukan menggunakan katalis heterogen  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ -MgO dengan iradiasi microwave dan pemanasan konvensional. Kandungan asam lemak bebas (FFA) pada WCO yang digunakan sebesar 0,5% diperoleh menggunakan titrasi asam-basa dengan  $\text{NaOH}$  0,1 N dengan indikator fenolftalein 1% (Widayat *et al.*, 2023). Pada proses *pre-treatment* bahan baku, WCO terlebih dahulu disaring dan dipanaskan pada suhu 110°C selama 30 menit untuk menghilangkan air dan kotoran. Reaksi transesterifikasi dilakukan dalam labu leher tiga dengan sistem refluks pada suhu 65°C dan waktu reaksi 150 menit. Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan katalis  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ -MgO sebanyak 5% (b/b minyak) dan rasio molar metanol:minyak adalah 12:1. Setelah reaksi selesai, campuran didiamkan hingga terbentuk dua lapisan, yaitu lapisan metil ester (atas) dan gliserol (bawah) (Oko dan Kurniawan, 2025). Setelah memisahkan metil ester dan gliserol, produk metil ester (*fatty acid methyl esters*, FAME) dianalisis menggunakan analisis GC-MS (GCMS-QP2010 Ultra) untuk mengetahui komposisi produk FAME.

Lapisan metil ester dicuci dengan air hangat (50°C) dan dikeringkan pada 110 °C selama 30 menit. Metil ester yang diperoleh dilakukan perhitungan yield untuk menunjukkan efisiensi reaksi katalitik dan seberapa besar minyak berhasil dikonversi menjadi metil ester. Perhitungan yield metil ester dapat dihitung dengan persamaan:

$$\text{Yield Metil Ester (\%)} = \frac{m_{ME}}{m_{WCO}} \times 100$$

Yaitu,  $m_{ME}$  adalah massa metil ester (gr) dan  $m_{WCO}$  adalah massa WCO (gr) yang mana 30 gr semua variabel penelitian. Selanjutnya, dilakukan perhitungan densitas metil ester yang diukur menggunakan piknometer.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan difraktogram XRD yang ditampilkan pada Gambar 1, terdapat perbedaan signifikan antara katalis yang disintesis menggunakan iradiasi microwave (M) dan pemanasan konvensional (H). Katalis microwave menunjukkan pola difraksi dengan puncak-puncak yang sangat tajam dan intensitas tinggi. Puncak-puncak pada katalis microwave tampak lebih terdefinisi, mengindikasikan derajat kristalinitas yang tinggi dengan struktur kristal yang teratur. Sebaliknya, katalis (H) menunjukkan fenomena *peak broadening*, dimana puncak-puncak difraksi terlihat lebih melebar, bahkan beberapa puncak minor saling tumpang tindih, mengindikasikan adanya ketidakteraturan dalam struktur kristal dan kemungkinan keberadaan fase amorf.

Pola difraktori menunjukkan banyak perubahan puncak, jika dilihat lebih detail katalis (M) banyak menghasilkan *peak tumpang tindih*, intensitas puncak MgO bebas menurun, sementara puncak-puncak karakteristik magnesioferrit ( $MgFe_2O_4$ ) dan Hematit ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) menjadi dominan, khususnya terlihat pada tumpang tindih puncak di  $35,7^\circ$ ;  $57,58^\circ$ ; dan  $62,63^\circ$  yang merupakan puncak khas pembentukan fasa spinel magnesioferrit. Selanjutnya, kedua difraktogram menampilkan puncak-puncak karakteristik fase  $Fe_2O_3$  (hematit) pada  $2\theta$  sekitar  $24,3^\circ$ ;  $33,4^\circ$ ;  $35,8^\circ$ ;  $41,1^\circ$ ;  $49,7^\circ$ ;  $54,4^\circ$ ;  $62,8^\circ$ ; dan  $64,4^\circ$  (Gardy *et al.*, 2019; Prameswari *et al.*, 2022). Namun, tidak terdeteksi puncak kristal sulfat terpisah, menunjukkan bahwa gugus  $SO_4^{2-}$  terdispersi secara amorf pada permukaan atau terikat secara kimia dengan oksida logam, kecuali katalis (H) yang muncul puncak lemah pada  $26,9^\circ$  yang menunjukkan adanya  $MgSO_4$  (Okhrimenko *et al.*, 2020; Sulaiman *et al.*, 2019).

Gambar SEM untuk katalis ditunjukkan pada Gambar 2, yaitu  $SO_4/Fe_2O_3-MgO$  (M) dan  $SO_4/Fe_2O_3-MgO$  (H) secara berurutan. Secara keseluruhan, Gambar 2 menunjukkan bahwa ukuran strukturnya berada pada skala mikron, dan ukuran struktur katalis (M) jauh lebih besar daripada katalis (H). Selain itu, katalis dengan metode microwave memiliki ukuran partikel yang lebih seragam dibandingkan dengan metode pemanasan konvensional. Perbedaan ukuran antara kedua metode dapat dijelaskan melalui mekanisme pemanasan yang berbeda secara fundamental. Pada iradiasi microwave, laju nukleasi yang sangat cepat dan fenomena *localized superheating* (hot spots) dimana pemanasan terjadi secara volumetrik dan energi gelombang elektromagnetik diserap langsung oleh molekul-molekul polar dalam material, sehingga proses nukleasi terjadi hampir bersamaan di seluruh volume menjadi salah satu alasan struktur katalis (M) lebih seragam (Kitchen *et al.*, 2014). Sebaliknya, pemanasan konvensional yang mengandalkan konduksi panas menciptakan gradien suhu dari permukaan luar ke bagian dalam material, menyebabkan bagian luar mencapai suhu nukleasi lebih dulu sehingga kristal mulai terbentuk dan tumbuh di bagian luar sementara bagian dalam masih dalam proses pemanasan, menghasilkan distribusi ukuran yang tidak seragam (Meloni *et al.*, 2023), hal ini juga ditunjukkan pada hasil puncak XRD katalis (M) lebih terdefinisi.

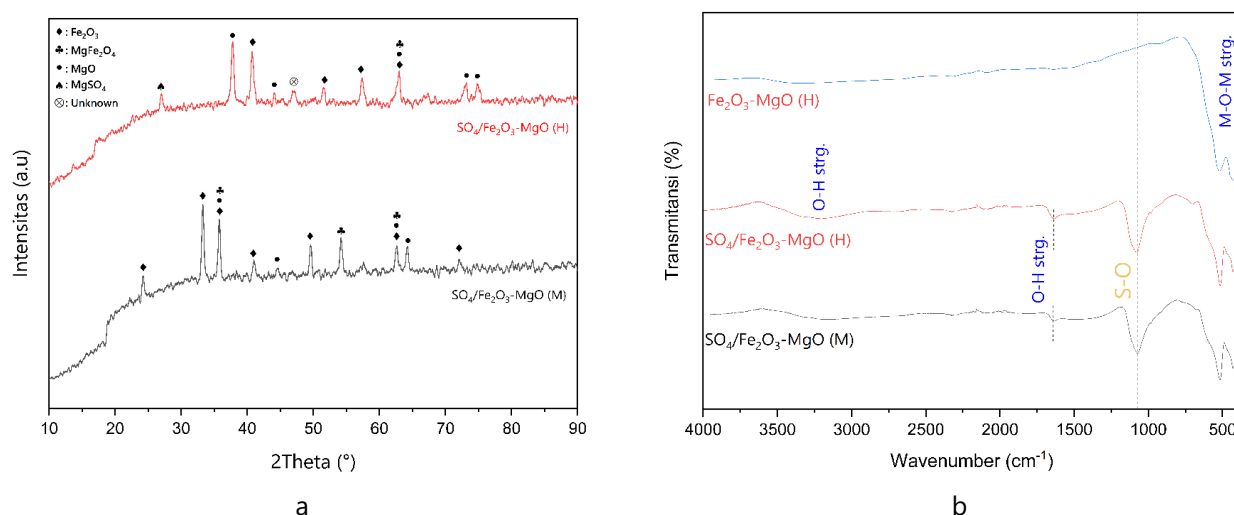
Hasil spektrum FTIR pada katalis  $SO_4/Fe_2O_3-MgO$  (Gambar 1b) menunjukkan pita yang signifikan pada rentang gelombang  $1070-1065\text{ cm}^{-1}$  yang diidentifikasi sebagai vibrasi karakteristik dari sulfat bidentat ( $SO_4^{2-}$ ) dan/atau gugus peroksodisulfat ( $S_2O_8^{2-}$ ), sesuai dengan gambar 1b yang menunjukkan bahwa pada rentang gelombang ini muncul *stretch* pada katalis (M) dan (H) yang telah dilakukan impregnasi sulfat. Pita lebar pada rentang ini mengindikasikan keberadaan berbagai mode koordinasi ion sulfat dengan permukaan oksida logam, yang merupakan bukti keberhasilan proses impregnasi sulfat pada permukaan katalis (Aliyu *et al.*, 2024; Gardy *et al.*, 2019; Wu *et al.*, 2014). Katalis (M) menampilkan puncak yang lebih tajam pada rentang  $1070-1065\text{ cm}^{-1}$ , sebaliknya, katalis (H) menunjukkan puncak sulfat yang sedikit melebar, dengan transmitansi yang lebih rendah pada puncak karakteristik tersebut. Perbedaan lainnya terlihat pada gugus hidroksil dan kandungan air teradsorpsi di permukaan katalis ( $3500\text{ cm}^{-1}$  dan  $1650\text{ cm}^{-1}$ ) (Gardy *et al.*, 2019). Spektrum FTIR menunjukkan bahwa katalis (M) memiliki pita serapan yang sedikit lebih lemah pada rentang ini, mengindikasikan kandungan air dan gugus OH permukaan yang lebih rendah, yang berarti material lebih

kering. Sebaliknya, katalis (H) menampilkan pita yang sedikit lebih intens pada rentang yang sama. Pada rentang vibrasi logam-oksigen (M-O-M) ( $500-800\text{ cm}^{-1}$ ), kedua katalis menunjukkan puncak karakteristik Fe-O dan Mg-O, tetapi puncak pada katalis (M) terlihat lebih tajam, mengindikasikan struktur oksida logam yang lebih teratur dan kristal yang lebih baik (Widayat *et al.*, 2024, 2023).

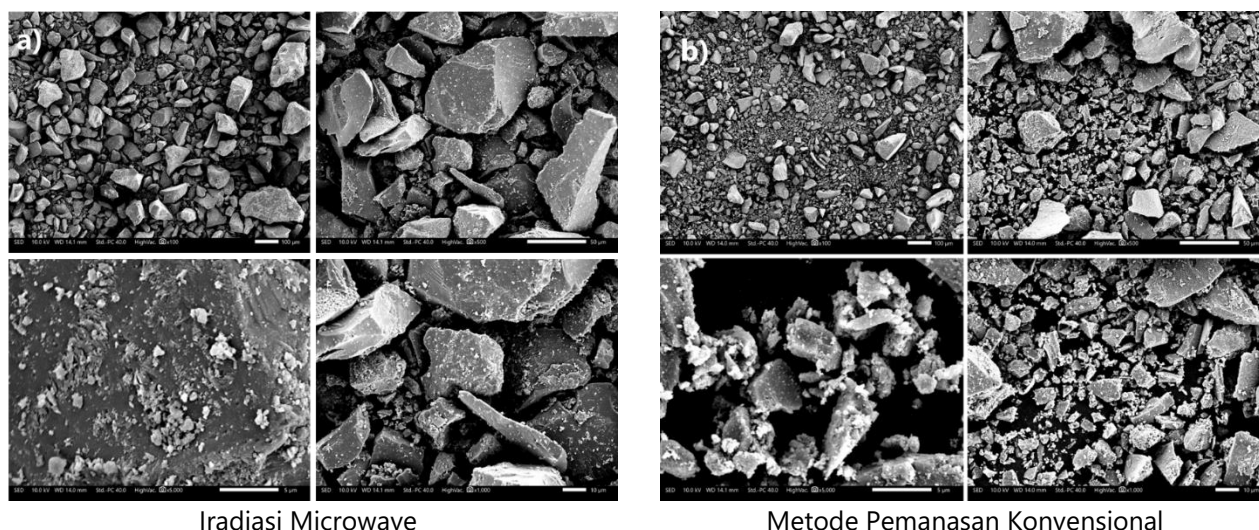
Distribusi gugus sulfat dengan ikatan S-O yang kuat pada katalis (M) dan (H) menghasilkan situs asam aktif yang lebih banyak dan lebih kuat pada katalis heterogen bifungsional ini, yang tentunya berperan dalam meningkatkan aktivitas katalitik pada reaksi transesterifikasi (Nayebzadeh *et al.*, 2019). Metode sintesis katalis dengan iradiasi microwave menghasilkan beberapa karakteristik yang sedikit lebih unggul, tetapi dapat memangkas waktu sintesis dari 17 jam menjadi hanya 30 menit dari total proses sintesis katalis. Oleh karena itu, sintesis dengan iradiasi microwave dinilai lebih unggul dibandingkan metode pemanasan konvensional dalam hal efisiensi energi, kecepatan reaksi, dan kualitas produk.

### Performa Katalis untuk Produksi Metil Ester

Uji aktivitas katalitik dilakukan untuk menilai kemampuan katalis  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  dalam mengonversi WCO menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada kondisi suhu  $65^\circ\text{C}$ , rasio molar WCO:metanol 1:12, dan waktu reaksi 150 menit, katalis  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO(H)}$  menghasilkan yield tertinggi sebesar 86,564%, diikuti  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO(M)}$  sebesar 86,517% (Tabel 2). Densitas produk metil ester yang dihasilkan adalah 0,904 gr/ml dan 0,899 gr/ml, yang mana tidak memenuhi standar SNI 7182:2015. Perbedaan yield yang sangat kecil menunjukkan bahwa kedua metode sintesis menghasilkan katalis dengan aktivitas katalitik yang sebanding dalam reaksi transesterifikasi WCO menjadi biodiesel. Yield di atas 86% ini mengindikasikan bahwa katalis tersulfasi berbasis oksida Fe-Mg memiliki efektivitas yang baik sebagai katalis heterogen untuk produksi biodiesel. Yield yang tinggi ini dapat dikaitkan dengan keberadaan situs asam kuat yang dihasilkan dari proses sulfasi pada permukaan katalis. Ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) yang terikat pada permukaan oksida logam yang bersifat polar dan meningkatkan keasaman Brønsted dan Lewis, sehingga mempercepat aktivasi gugus karbonil pada trigliserida dan meningkatkan laju reaksi transesterifikasi (Xie *et al.*, 2024). Kombinasi situs asam Lewis dari  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan situs basa kuat dari MgO menciptakan sistem bifungsional untuk reaksi transesterifikasi, di mana situs basa mengaktifkan metanol menjadi ion metoksida ( $\text{CH}_3\text{O}^-$ ) yang kemudian menyerang gugus karbonil yang telah diaktifkan oleh situs asam (Guo *et al.*, 2022; Mulyatun *et al.*, 2023).



**Gambar 1.** a) Pola XRD dari katalis  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO (H)}$  dan (M); b) Perbandingan Spektrum FTIR dari katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO (H)}$ ,  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO (H)}$ , dan (M)



**Gambar 2.** SEM Katalis

Hasil yield yang sebanding antara kedua metode menunjukkan bahwa meskipun terdapat perbedaan signifikan dalam kristalinitas dan komposisi fase (Gambar 1), terbentuknya fase spinel  $MgFe_2O_4$  pada katalis (M) dan keberadaan fase-fase oksida Fe dan Mg yang terpisah pada katalis (H) tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap aktivitas katalitik secara keseluruhan dalam kondisi reaksi yang digunakan. Mawlid, Abdelhady dan El-Deab, (2023) menemukan bahwa fase spinel  $MgFe_2O_4$  menghasilkan situs basa (kebasaan) yang lemah, sehingga menunjukkan tidak adanya aktivitas katalitiknya dalam kondisi reaksi tertentu. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa aktivitas katalitik bergantung pada ketersediaan dan aksesibilitas situs aktif pada permukaan katalis (Védrine, 2014).

Namun demikian, densitas metil ester yang dihasilkan menunjukkan perbedaan yang sedikit lebih signifikan. Katalis (H) menghasilkan metil ester dengan densitas 0,904 g/ml, sementara katalis (M) menghasilkan metil ester dengan densitas 0,899 g/ml. Nilai densitas yang lebih rendah pada produk dari katalis (M) menunjukkan karakteristik yang lebih mendekati standar biodiesel internasional. Standar ASTM D6751 menetapkan batas densitas biodiesel pada suhu 15°C antara 0,860-0,900 g/mL, sementara standar EN 14214 menetapkan rentang 0,860-0,900 g/cm<sup>3</sup> pada suhu yang sama (Li *et al.*, 2025). Densitas biodiesel dipengaruhi oleh beberapa faktor, termasuk komposisi asam lemak, tingkat konversi, dan kemurnian produk. Densitas yang lebih tinggi dapat mengindikasikan keberadaan trigliserida yang tidak terkonversi, digliserida, monogliserida, atau gliserol bebas dalam produk akhir (Fernando *et al.*, 2007). Densitas yang sedikit lebih tinggi pada produk dari katalis (H) (0,904 g/mL) kemungkinan disebabkan oleh selektivitas reaksi yang sedikit berbeda atau efisiensi pemisahan produk yang kurang efektif, yang dapat dikaitkan dengan karakteristik permukaan katalis yang berbeda.

Temuan bahwa katalis (M) dengan struktur kristal yang lebih teratur dan pembentukan fase spinel yang homogen menghasilkan produk dengan densitas yang sedikit lebih rendah dan lebih sesuai dengan standar biodiesel. Dari perspektif mekanisme katalitik, yield yang tinggi dan setara pada kedua katalis mengindikasikan bahwa jumlah total situs aktif yang tersedia untuk reaksi transesterifikasi relatif sama, meskipun terdapat perbedaan dalam distribusi dan jenis fase kristal. Katalis  $SO_4/Fe_2O_3-MgO$  dalam penelitian ini menunjukkan performa yang sebanding dengan beberapa peneliti sebelumnya (tabel 1). Aspek penting lainnya adalah bahwa kedua katalis mampu mencapai yield tinggi dalam kondisi reaksi yang relatif *mild*, mengindikasikan efisiensi energi yang baik (Mulyatun *et al.*, 2023). Hal ini sejalan dengan tren pengembangan katalis heterogen yang ramah lingkungan dan ekonomis untuk produksi biodiesel skala industri (Faruque *et al.*, 2020). Penggunaan iradiasi microwave dalam sintesis katalis juga menawarkan keuntungan tambahan berupa waktu sintesis yang lebih singkat dan konsumsi energi yang lebih rendah dibandingkan metode konvensional.

Analisis GC-MS (tabel 3) menunjukkan bahwa sampel biodiesel didominasi oleh FAME C16–C18, terutama metil oleate (34.19%), metil palmitate (26.8%), dan metil linoleate (16.78%). Komposisi ini menunjukkan keseimbangan antara metil ester jenuh dan tak jenuh. Literatur melaporkan bahwa densitas biodiesel sangat dipengaruhi oleh komposisi FAME, khususnya panjang rantai karbon dan derajat ketidakjenuhan, dimana densitas biodiesel dapat meningkat seiring dengan meningkatnya derajat ketidakjenuhan (Sarin, 2012).

**Tabel 1.** Beberapa Evaluasi Katalisis *Sulfated*-Material untuk Produksi Metil Ester

Bahan Baku	Katalis	Konversi	Kondisi Operasi	Referensi
WCO	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> /Mg-Al-Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	88%	4% katalis, metanol:oil = 9:1, T = 95°C, 850 rpm, waktu 5 jam	(Gardy <i>et al.</i> , 2019)
WCO	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> /ZnO-β-zeolite	96.9%	3% katalis, T = 200°C, metanol:oil = 15:1, waktu 8 jam	(Yusuf <i>et al.</i> , 2023)
WCO	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> /Zr-SBA-15	98.5%	3% katalis, metanol:oil = 40:10, T = 160°C, waktu = 3 jam, 600 rpm	(A. Ramesh <i>et al.</i> , 2019)
WCO	SO <sub>4</sub> /Fe-Al-TiO <sub>2</sub>	96% (yield)	3% katalis, 2.5 h pada T = 90°C, dan metanol:oil = 10:1	(Yi <i>et al.</i> , 2015)
WCO	SO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO	86,5%	5% katalis, 2.5 h pada T=65°C, dan metanol:oil = 12:1	Penelitian ini

**Tabel 2.** Karakteristik Metil Ester Hasil Penelitian

Jenis Katalis	%Yield	Densitas (g/mL)
SO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO (H)	86,564%	0,904
SO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO (M)	86,517%	0,899

**Tabel 3.** Komposisi Metil Ester SO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO (H) berdasarkan analisa GC-MS

Metil Ester	%Area
<i>Saturated (Jenuh)</i>	
<i>Nonanoic acid methyl ester, C9:0</i>	0.96
<i>Tetradecanoic acid methyl ester, C14:0</i>	0.41
<i>Hexadecanoic acid methyl ester, C16:0</i>	26.8
<i>Pentadecanoic acid methyl ester, C15:0</i>	2.99
<i>Octadecanoic acid methyl ester, C18:0</i>	8.54
<i>Tetracosanoic acid methyl ester, C24:0</i>	1.14
<i>Unsaturated (Tak Jenuh)</i>	
<i>9-Hexadecenoic acid methyl ester, C16:1n7</i>	3.78
<i>7-Hexadecenoic acid methyl ester, C16:1n9</i>	1.54
<i>11-Octadecenoic acid methyl ester, C18:1n7</i>	34.19
<i>9,12-Octadecadienoic acid methyl ester C18:2n6</i>	16.78
<i>6,9,12-Octadecatrienoic acid methyl ester, C18:3n6</i>	0.75
<i>Methyl arachidonate, C20:4n6</i>	0.34
<i>7,10,13-Eicosatrienoic acid methyl ester, C20:3n7</i>	0.69

## KESIMPULAN

Katalis asam padat bifungsional  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  telah berhasil disintesis melalui metode ko-presipitasi, kemudian difungsionalisasi secara bertahap menggunakan sulfat melalui dua pendekatan berbeda: iradiasi microwave dan pemanasan konvensional. Karakterisasi ekstensif terhadap sifat *bulk* dan permukaan katalis. Katalis (M) menunjukkan keunggulan struktural dengan kristalinitas, puncak difraksi yang lebih tajam, dan morfologi partikel yang lebih seragam dibandingkan dengan katalis (H) yang memperlihatkan fenomena sebaliknya. Meskipun demikian, kedua katalis  $\text{SO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  menunjukkan aktivitas katalitik yang sebanding untuk reaksi transesterifikasi WCO menjadi biodiesel. Pada kondisi penggunaan katalis 5%, rasio molar metanol:minyak jelantah sebesar 12:1, dan suhu  $65^\circ\text{C}$ , yield metil ester mencapai 86,5% setelah reaksi selama 2,5 jam untuk kedua metode sintesis. Keunggulan yang signifikan pada metode iradiasi microwave terletak pada efisiensi waktu sintesis yang lebih cepat, sehingga mampu memangkas total waktu preparasi dari 17 jam menjadi hanya 30 menit, dengan performa katalitik yang setara.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan apresiasi kepada LPPM Universitas Jambi atas dukungan pendanaan melalui skema Penelitian Pemula Fakultas Sains dan Teknologi, sesuai dengan Surat Keputusan Nomor 1655/UN21/PM/2023.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aderibigbe, F.A., Saka, H.B., Ajala, E.O., Mustapha, S.I., Mohammed, I.A., Amosa, M.K., Tijani, I.A., Babatunde, E.O., & Solomon, B.O. 2021. Development of bi-functional heterogeneous catalyst for transesterification of waste cooking oil to biodiesel: Optimization studies. *Advanced Materials Research*, 1163: 128–147. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.1163.128>
- Aleman-Ramirez, J.L., Reyes-Vallejo, O., Okoye, P.U., Sanchez-Albores, R., Maldonado-Álvarez, A., & Sebastian, P.J. 2022. Development of a reusable  $\text{CaO}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  heterogeneous catalyst for biodiesel production. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-2038787/v1>
- Alhassan, F.H., Rashid, U., & Taufiq-Yap, Y.H. 2015. Synthesis of waste cooking oil-based biodiesel via effectual recyclable bi-functional  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-MnO-SO}_4^{2-}/\text{ZrO}_2$  nanoparticle solid catalyst. *Fuel*, 142: 38–45. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.10.038>
- Aliyu, M., Rashid, U., Tsubota, T., Ghani, W.A.W.A.K., Salleh, M.A.M., Khuong, D.A., Trinh, K.T., Duc, N.T., Tashima, D., & Ryu, T. 2024. A novel magnetic bifunctional hydrochar catalyst derived from palm leaf residue for biodiesel production: Kinetic and thermodynamic studies. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 100: 530–544. <https://doi.org/10.1002/jctb.7792>
- Amalia, R., Riyanto, T., & Istadi, I. 2021. Reactivation of the spent residue fluid catalytic cracking (RFCC) catalyst through acid treatment for palm oil cracking to biofuels. *TEKNIK*, 42(2): 218–225. <https://doi.org/10.14710/teknik.v42i2.39642>
- Chen, W., Wu, Z., Peng, R., Wu, W., Li, X., Cao, D., Zhang, Z., & Niu, K. 2023. Low-cost diatomite supported binary transition metal sulfates: An efficient reusable solid catalyst for biodiesel synthesis. *RSC Advances*, 13: 6002–6009. <https://doi.org/10.1039/D2RA07947J>
- Faruque, M.O., Razzak, S.A., & Hossain, M.M. 2020. Application of heterogeneous catalysts for biodiesel production from microalgal oil—A review. *Catalysts*, 10: 1025. <https://doi.org/10.3390/catal10091025>
- Fernando, S., Karra, P., Hernandez, R., & Jha, S. 2007. Effect of incompletely converted soybean oil on biodiesel quality. *Energy*, 32: 844–851. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2006.06.019>
- Gardy, J., Nourafkan, E., Osatiashtiani, A., Lee, A.F., Wilson, K., Hassanpour, A., & Lai, X. 2019. A core-shell  $\text{SO}_4/\text{Mg-Al-Fe}_3\text{O}_4$  catalyst for biodiesel production. *Applied Catalysis B: Environmental*, 259: 118093. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2019.118093>

- Guo, H., Cheng, J., Mao, Y., Qian, L., Shao, Y., Yang, X., & Yang, W. 2022. Acid-base bifunctional catalyst with coordinatively unsaturated cobalt-nitrogen sites for the simultaneous conversion of microalgal triglycerides and free fatty acids into biodiesel. *Bioresource Technology*, 350: 126862. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2022.126862>
- Istadi, I., Amalia, R., Riyanto, T., Anggoro, D.D., Jongsomjit, B., & Putranto, A.B. 2022. Acids treatment for improving catalytic properties and activity of the spent RFCC catalyst for cracking of palm oil to kerosene-diesel fraction fuels. *Molecular Catalysis*, 527: 112420. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2022.112420>
- Kim, D., Hanifzadeh, M., & Kumar, A. 2018. Trend of biodiesel feedstock and its impact on biodiesel emission characteristics. *Environmental Progress and Sustainable Energy*, 37: 7–19. <https://doi.org/10.1002/ep.12800>
- Kitchen, H.J., Vallance, S.R., Kennedy, J.L., Tapia-Ruiz, N., Carassiti, L., Harrison, A., Whittaker, A.G., Drysdale, T.D., Kingman, S.W., & Gregory, D.H. 2014. Modern microwave methods in solid-state inorganic materials chemistry: From fundamentals to manufacturing. *Chemical Reviews*, 114: 1170–1206. <https://doi.org/10.1021/cr4002353>
- Kuniyil, M., Shanmukha Kumar, J.V., Adil, S.F., Assal, M.E., Shaik, M.R., Khan, M., Al-Warthan, A., & Siddiqui, M.R.H. 2021. Production of biodiesel from waste cooking oil using ZnCuO/N-doped graphene nanocomposite as an efficient heterogeneous catalyst. *Arabian Journal of Chemistry*, 14: 102982. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.102982>
- Li, X., Zhang, S., Jia, X., Li, W., & Song, J. 2025. Catalytic properties and structural optimization of solid transesterification catalysts to enhance the efficiency of biodiesel synthesis. *Catalysts*, 15: 239. <https://doi.org/10.3390/catal15030239>
- Lowe, B., Gardy, J., & Hassanpour, A. 2022. The role of sulfated materials for biodiesel production from cheap raw materials. *Catalysts*, 12: 223. <https://doi.org/10.3390/catal12020223>
- Mawlid, O.A., Abdelhady, H.H., & El-Deab, M.S. 2023. Highly active novel K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> supported on MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanocatalyst for low-temperature conversion of waste cooking oil to biodiesel: RSM optimization, kinetic, and thermodynamic studies. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 11: 110623. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2023.110623>
- Meloni, E., Iervolino, G., & Palma, V. 2023. Basics of microwave heating and recent advances. Dalam: *Advances in Microwave-Assisted Heterogeneous Catalysis*. London: Royal Society of Chemistry. hlm. 1–24. <https://doi.org/10.1039/BK9781837670277-00001>
- Mulyatun, M., Istadi, I., & Widayat, W. 2023. Synthesis and characterization of physically mixed V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-CaO as bifunctional catalyst for methyl ester production from waste cooking oil. *International Journal of Renewable Energy Development*, 12: 381–389. <https://doi.org/10.14710/ijred.2023.51047>
- Nayebzadeh, H., Saghatoleslami, N., & Tabasizadeh, M. 2019. Application of microwave irradiation for fabrication of sulfated ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite via combustion method for esterification reaction: Process condition evaluation. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 9: 141–152. <https://doi.org/10.1007/s40097-019-0304-y>
- Okhrimenko, L., Favergeon, L., Johannes, K., & Kuznik, F. 2020. New kinetic model of the dehydration reaction of magnesium sulfate hexahydrate: Application for heat storage. *Thermochimica Acta*, 687: 178569. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2020.178569>
- Oko, S., & Kurniawan, D.O. 2025. Optimalisasi waktu reaksi dan konsentrasi katalis fly ash dalam produksi biodiesel dari minyak jelantah. *METANA*, 21(1): 1–8. <https://doi.org/10.14710/metana.v21i1.62467>
- Prameswari, J., Widayat, W., Buchori, L., & Hadiyanto, H. 2022. Novel iron sand-derived α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CaO<sub>2</sub> bifunctional catalyst for waste cooking oil-based biodiesel production. *Environmental Science and Pollution Research*, 30: 98832–98847. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-21942-z>
- Raharjo, B.A.I., Putra, D.J., Tarmidzi, F.M., & Alviany, R. 2023. Biodiesel production using Na<sub>2</sub>O/fly ash catalyst from waste cooking oil (WCO) with transesterification process. *Key Engineering Materials*, 971: 97–105. <https://doi.org/10.4028/p-Ydlc2k>

- Ramesh, A., Palanichamy, K., Tamizhdurai, P., Umasankar, S., Sureshkumar, K., & Shanthi, K. 2019. Sulphated Zr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts through *Jatropha* oil to green-diesel production. *Materials Letters*, 238: 62–65. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.11.158>
- Sarin, A. 2012. Dependence of other properties of biodiesel on fatty acid methyl ester composition and other factors. Dalam: *Biodiesel*. Cambridge: Royal Society of Chemistry. hlm. 107–139. <https://doi.org/10.1039/9781849734721-00107>
- Sulaiman, M., Su, N.C., & Mohamed, N.S. 2019. Sol-gel synthesis and characterization of MgSO<sub>4</sub>:Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite solid electrolytes. *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*, 22(3): 132–138. <https://doi.org/10.14447/jnmes.v22i3.a03>
- Védrine, J.C. 2014. Revisiting active sites in heterogeneous catalysis: Their structure and their dynamic behaviour. *Applied Catalysis A: General*, 474: 40–50. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2013.05.029>
- Venkatesh, Y.K., Ravikumar, M.P., Ramu, S., Ravikumar, C.H., Mohan, S., & Geetha Balakrishna, R. 2023. Developments in titanium-based alkali and alkaline earth metal oxide catalysts for sustainable biodiesel production: A review. *The Chemical Record*, 23(12): p.e202300277. <https://doi.org/10.1002/tcr.202300277>
- Vilas Bôas, R., Almeida, L.A., & Mendes, M.F. 2022. Techno-economic evaluation of biodiesel production using by-product as raw material and hydrotalcite-hydroxyapatite as catalyst. *Research, Society and Development*, 11: e0511426977. <https://doi.org/10.33448/rsd-v11i4.26977>
- Widayat, Satriadi, H., Setyojati, P.W., Shihab, D., Buchori, L., Hadiyanto, H., & Nurushofa, F.A. 2024. Preparation CaO/MgO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetite catalyst and catalytic test for biodiesel production. *Results in Engineering*, 22: 102202. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2024.102202>
- Widayat, W., Maheswari, N.T., Fitriani, W., Buchori, L., Satriadi, H., Kusmiyati, K., & Ngadi, N. 2023. Preparation of MgO-CaO/SiO<sub>2</sub> catalyst from dolomite and geothermal solid waste for biodiesel production. *International Journal of Renewable Energy Development*, 12: 541–549. <https://doi.org/10.14710/ijred.2023.51573>
- Wu, H., Liu, Y., Zhang, J., & Li, G. 2014. In situ reactive extraction of cottonseeds with methyl acetate for biodiesel production using magnetic solid acid catalysts. *Bioresource Technology*, 174: 182–189. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.10.026>
- Xie, W., Wang, X., & Guo, L. 2024. Boosting biodiesel production from acidic oils using tin-doped tungstophosphoric acid embedded on ZIF-8 with Brønsted-Lewis acid sites as a reusable catalyst. *Biomass and Bioenergy*, 181: 107064. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2024.107064>
- Yi, Q., Zhang, J., Zhang, X., Feng, J., & Li, W. 2015. Synthesis of SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/Zr-SBA-15 catalyst for the transesterification of waste cooking oil as a bio-flotation agent in coal flotation. *Fuel*, 143: 390–398. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.11.065>
- Yusuf, B.O., Oladepo, S.A., & Ganiyu, S.A. 2023. Biodiesel production from waste cooking oil via β-zeolite-supported sulfated metal oxide catalyst systems. *ACS Omega*, 8: 23720–23732. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c01892>