Metana: Media Komunikasi Rekayasa Proses dan Teknologi Tepat Guna ISSN: 1858-2907
Desember 2026 Vol. 22(2):93-101 EISSN: 2549-9130

Sintesis Katalis $CaO-SiO_2$ Berbasis Limbah Cangkang Telur dan POFA dengan Variasi Temperatur Hidrotermal untuk Aplikasi Biodiesel

Putri Rutini Lumbantoruan*, Hadistya Suryadri, Rahma Amalia

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Jambi
Jl. Jambi – Muara Bulian KM. 15, Kab. Muaro Jambi, Jambi, Indonesia
Email: putrirutini3@gmail.com

Abstrak

Peningkatan permintaan energi terbarukan mendorong pengembangan katalis heterogen untuk produksi biodiesel. Penelitian ini bertujuan membandingkan pengaruh temperatur hidrotermal (120–200°C) pada sintesis katalis $CaO-SiO_2$ berbasis limbah cangkang telur dan *Palm Oil Fuel Ash* (POFA) terhadap luas permukaan katalis dan kinerjanya dalam transesterifikasi minyak jelantah. Katalis disintesis dengan metode hidrotermal berbantuan *microwave digestion* selama 45 menit pada rasio massa $CaO:SiO_2$ 70:30, kemudian dikalsinasi pada 800°C. Setiap kondisi dilakukan satu kali (tanpa ulangan) sehingga hasil dibahas secara deskriptif tanpa uji statistik. Luas permukaan BET tertinggi diperoleh pada 160°C (35,6 m^2/g), sedangkan yield biodiesel tertinggi yang teramati di antara kondisi yang diuji adalah 87,3% pada katalis 180°C. Densitas (859–881 kg/m^3) dan viskositas kinematik (4,4–5,0 mm^2/s) seluruh sampel berada dalam rentang persyaratan SNI 7182:2015 untuk kedua parameter tersebut. Analisis GC-MS satu sampel (katalis 180°C) menunjukkan total luas area relatif puncak FAME teridentifikasi sebesar 99,97%. Pada uji penggunaan ulang, yield menurun dari 87,3% (siklus 1) menjadi 66,6% (siklus 5), setara retensi 76,2%, sehingga katalis masih aktif tetapi mengalami penurunan aktivitas yang nyata.

Kata kunci: Katalis $CaO-SiO_2$, Hidrotermal, Cangkang Telur, POFA, Biodiesel, Reusabilitas

Abstract

Synthesis of $CaO–SiO_2$ Catalyst Based on Eggshell and POFA Waste with Variation in Hydrothermal Temperature for Biodiesel Application

The growing demand for renewable energy has driven the development of heterogeneous catalysts for biodiesel production. This study compared the effect of hydrothermal temperature (120–200°C) in the synthesis of a $CaO-SiO_2$ catalyst derived from waste eggshell and Palm Oil Fuel Ash (POFA) on catalyst surface area and its performance in the transesterification of waste cooking oil. The catalyst was prepared by microwave digestion-assisted hydrothermal treatment for 45 minutes at a $CaO:SiO_2$ mass ratio of 70:30, followed by calcination at 800°C. Each condition was run once (without replication); therefore, results are discussed descriptively without statistical testing. The highest BET surface area was obtained at 160°C (35.6 m^2/g), whereas the highest observed biodiesel yield among the tested conditions was 87.3% using the catalyst prepared at 180°C. The density (859–881 kg/m^3) and kinematic viscosity (4.4–5.0 mm^2/s) of all samples were within the SNI 7182:2015 requirements for these two parameters. GC-MS analysis of a single sample (180°C catalyst) showed a total relative peak area of identified FAME of 99.97%. In the reuse test, the yield decreased from 87.3% (cycle 1) to 66.6% (cycle 5), equivalent to 76.2% retention; the catalyst therefore remained active but showed a clear decline in activity.

Keywords: *$CaO-SiO_2$ Catalyst, Hydrothermal, Eggshell Waste, Palm Oil Fuel Ash (POFA), Biodiesel, Reusability*

*)Correponding author
DOI : 10.14710/metana.v22i2.87037
Diterima: 24-07-2026
Disetujui: 07-11-2026

PENDAHULUAN

Meningkatnya kepedulian terhadap isu lingkungan serta menipisnya cadangan energi fosil mendorong pengembangan sumber energi terbarukan, salah satunya biodiesel. Menurut proyeksi OECD-FAO Agricultural Outlook 2022–2031, produksi biodiesel dunia diperkirakan mencapai 50,1 miliar liter pada tahun 2031, meningkat 7,7% dibandingkan produksi tahun 2021 sebesar 46,5 miliar liter (OECD/FAO, 2022). Biodiesel dihasilkan melalui reaksi esterifikasi atau transesterifikasi antara asam lemak/trigliserida dan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol, dengan keunggulan berupa sifat terurai secara hayati, toksisitas rendah, dan potensi penurunan emisi karbon dibandingkan bahan bakar fosil (Randive *et al.*, 2024).

Minyak jelantah merupakan bahan baku potensial biodiesel yang belum dimanfaatkan secara optimal; konversinya melalui transesterifikasi memberi nilai tambah sekaligus mengurangi pencemaran lingkungan (Prasetyo, 2018). Efisiensi proses sangat dipengaruhi oleh jenis katalis. Katalis homogen seperti NaOH dan KOH sulit dipisahkan dari produk, sedangkan katalis heterogen lebih mudah dipisahkan dan berpotensi digunakan kembali. Namun, katalis berbasis CaO diketahui mengalami penurunan aktivitas saat digunakan berulang, antara lain akibat pelindian (*leaching*) dan ketidakstabilan struktur, sehingga berbagai upaya modifikasi termasuk penggunaan penyangga dikaji untuk meningkatkan stabilitas dan reusabilitasnya (Basumatary *et al.*, 2023).

Cangkang telur merupakan limbah berkalsium karbonat yang dapat dikonversi menjadi CaO melalui kalsinasi; kalsinasi cangkang telur pada 900°C telah dilaporkan menghasilkan CaO dengan kemurnian sekitar 99% (Tangboriboon *et al.*, 2012). *Palm Oil Fuel Ash* (POFA), limbah pembakaran biomassa kelapa sawit, kaya silika; Uba *et al.* (2024) melaporkan kandungan SiO_2 POFA sebesar 79,45% berdasarkan XRF. Silika dapat berperan sebagai penyangga (*support*) CaO untuk meningkatkan stabilitas dan luas permukaan katalis (Nurhayati *et al.*, 2025). Pemanasan hidrotermal berbantuan *microwave* dilaporkan mempercepat sintesis dan memperbaiki karakteristik katalis heterogen dibandingkan metode konvensional (Strekalova *et al.*, 2023).

Katalis CaO/SiO_2 telah dikaji dengan berbagai sumber bahan dan metode sintesis. Pandiangan *et al.* (2016) mengkaji pengaruh temperatur kalsinasi pada CaO/SiO_2 berbasis silika sekam padi yang dibuat dengan metode sol-gel; Pandiangan *et al.* (2024) memvariasikan rasio massa CaO/SiO_2 dari batu kapur dan silika batu apung; Nurhayati *et al.* (2025) membuat $CaO\text{-}SiO_2$ dari cangkang kerang darah dan abu sabut kelapa dengan impregnasi; dan Helwani *et al.* (2020) mengkaji CaO dari cangkang telur yang didukung *fly ash* pabrik kelapa sawit. Pada studi-studi tersebut, variabel yang divariasikan adalah temperatur kalsinasi, rasio komposisi, atau kadar silika, bukan temperatur perlakuan hidrotermal berbantuan *microwave*.

Berdasarkan pengetahuan penulis, studi yang secara bersamaan menggabungkan cangkang telur ayam dan POFA dengan hidrotermal berbantuan *microwave*, memvariasikan temperatur hidrotermal pada 120–200°C, serta menghubungkan luas permukaan, yield, mutu biodiesel, dan uji penggunaan ulang dalam satu rangkaian percobaan masih terbatas. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk: (1) mengkaji pengaruh temperatur hidrotermal terhadap luas permukaan katalis $CaO\text{-}SiO_2$ dan komposisi bahan bakunya; (2) membandingkan yield serta densitas dan viskositas biodiesel dari transesterifikasi minyak jelantah menggunakan katalis pada tiap temperatur; dan (3) mengevaluasi penurunan aktivitas katalis terbaik selama lima siklus penggunaan.

METODOLOGI

Penelitian ini merupakan eksperimen laboratorium dengan satu faktor, yaitu temperatur hidrotermal pada lima taraf (120, 140, 160, 180, dan 200°C). Setiap kondisi dilakukan satu kali tanpa ulangan; oleh karena itu hasil disajikan sebagai nilai tunggal dan dianalisis secara deskriptif tanpa uji statistik. Variabel terikat meliputi luas permukaan BET, yield biodiesel, densitas, viskositas kinematik, komposisi metil ester (GC-MS), dan yield pada uji penggunaan ulang. Variabel tetap meliputi rasio massa $CaO:SiO_2$ = 70:30, waktu hidrotermal 45 menit, kalsinasi akhir 800°C selama 4 jam, serta kondisi transesterifikasi: rasio molar metanol:minyak 12:1, dosis katalis 3% b/b terhadap minyak, suhu 60°C, dan waktu 120 menit.

Preparasi CaO mengacu pada Kurniawan *et al.* (2024). Cangkang telur dicuci dengan air mengalir, dikeringkan pada 110°C selama 24 jam, digerus, diayak 100 mesh, lalu dikalsinasi pada 900°C selama 3 jam. Ekstraksi silika dari POFA mengacu pada Uba *et al.* (2024): POFA dikeringkan (110°C, 24 jam) dan disaring, kemudian dilindi dengan HCl 1 M pada 80°C selama 2 jam sambil diaduk, disaring (Whatman No. 42), dan dicuci dengan akuades panas hingga filtrat netral (kertas indikator). Residu dikeringkan (110°C, 12 jam) dan dikalsinasi pada 700°C selama 3 jam. Kondisi proses dirangkum pada Tabel .

Prosedur sintesis disusun dengan mengacu pada Pandiangan *et al.* (2024) dengan penyesuaian pada tahap hidrotermal. CaO dan SiO_2 ditimbang pada rasio massa 70:30, dicampur dalam akuades pada gelas beaker 250 mL, dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Suspensi dipindahkan ke vessel *microwave digestion system* dan diberi perlakuan hidrotermal pada suhu 120, 140, 160, 180, atau 200°C selama 45 menit. Setelah didinginkan hingga suhu ruang, produk disaring, dicuci dengan akuades, dikeringkan pada 110°C selama 12 jam, dan dikalsinasi pada 800°C selama 4 jam. Katalis disimpan dalam desikator.

Komposisi oksida cangkang telur terkalsinasi (900°C, 3 jam) dan POFA pascaperlakuan (pelindian asam dan kalsinasi 700°C) dianalisis dengan XRF. Luas permukaan spesifik katalis pada tiap temperatur hidrotermal ditentukan dengan metode BET multititik (adsorpsi N_2 pada 77,35 K, instrumen NOVA 800, degassing vakum 300°C selama 180 menit). Analisis XRF dilakukan pada bahan baku, bukan pada katalis akhir, dan tidak dilakukan analisis XRD maupun pengukuran kebasaan.

Minyak jelantah disaring dan dipanaskan pada 110°C selama 30 menit untuk mengurangi kadar air. Kadar asam lemak bebas (FFA) ditentukan dengan titrasi alkalimetri (NaOH 0,1 N) menggunakan persamaan $\%FFA = (N \times V \times BM)/(m \times 1000) \times 100\%$, dengan N normalitas NaOH, V volume titran (mL), BM berat molekul asam lemak (282 g/mol sebagai asam oleat), dan m massa sampel (g). Dari titrasi 10 g minyak dengan 2 mL NaOH 0,1 N diperoleh FFA 0,564%; densitas minyak 0,906 g/mL (piknometer). Dengan FFA tersebut tidak dilakukan esterifikasi pendahuluan. Kadar air tidak diukur secara terpisah. Riwayat pemakaian minyak jelantah menggunakan hasil limbah dapur restoran dan seluruh perlakuan memakai satu batch minyak yang sama.

Reaksi dilakukan pada reaktor batch berpengaduk magnetik menggunakan 40 mL minyak (36,228 g), metanol 15,809 g (20,2 mL; rasio molar 12:1 dengan Mr minyak 880 g/mol dan Mr metanol 32 g/mol), dan katalis 1,087 g (3% b/b minyak), pada 60°C selama 120 menit (Randive *et al.*, 2024). Campuran didinginkan dan disaring untuk memisahkan katalis; fase atas (biodiesel) dipisahkan dalam corong pisah, dicuci dengan air hangat, dan dikeringkan. Yield didefinisikan sebagai perbandingan massa biodiesel setelah pemisahan, pencucian, dan pengeringan terhadap massa minyak jelantah awal: $\text{Yield } (\%) = (m_{biodiesel}/m_{minyak}) \times 100\%$, dengan $m_{biodiesel} = \rho_{biodiesel} \times V_{biodiesel}$ (V diukur dengan gelas ukur). Densitas diukur dengan piknometer 5,83 mL pada 40°C . Viskositas kinematik diukur dengan viskometer Ostwald pada 40°C menggunakan persamaan $\nu = C \times t$, dengan konstanta $C = \nu_{air}/t_{air}$ (ν air pada 40°C = 0,658 mm^2/s; t air = 8,65 s). Persyaratan SNI 7182:2015 yang dirujuk disajikan pada Tabel 2; hanya densitas dan viskositas yang diuji pada seluruh sampel.

Tabel 1. Ringkasan kondisi proses preparasi bahan dan sintesis katalis

Tahap	Kondisi operasi	Produk
Preparasi CaO	Pencucian; pengeringan 110°C, 24 jam; ayakan 100 mesh; kalsinasi 900°C, 3 jam	CaO dari cangkang telur
Ekstraksi silika	Pelindian HCl 1 M, 80°C, 2 jam; pencucian hingga netral; pengeringan 110°C, 12 jam; kalsinasi 700°C, 3 jam	SiO_2 dari POFA
Pencampuran	$CaO:SiO_2$ = 70:30 (7/3gram); akuades; pengadukan 30 menit	Suspensi homogen
Hidrotermal	*Microwave digestion*, vessel TFM; 120–200°C; 45 menit; pendinginan hingga suhu ruang	Padatan hidrotermal
Pasca-hidrotermal	Penyaringan; pencucian akuades; pengeringan 110°C, 12 jam; kalsinasi 800°C, 4 jam	Katalis $CaO\text{-}SiO_2$

Tabel 2. Persyaratan SNI 7182:2015 untuk parameter yang dirujuk

Parameter	Satuan	Persyaratan
Massa jenis (40°C)	kg/m^3	850–890
Viskositas kinematik (40°C)	mm^2/s	2,3–6,0
Kadar ester (FAME)	% massa	minimum 96,5

Analisis GC-MS dilakukan terhadap satu sampel biodiesel dari katalis 180°C (siklus 1) di Laboratorium Mineral dan Material Maju, FMIPA Universitas Negeri Malang. Persentase komponen dihitung sebagai persentase luas area relatif terhadap total luas area kromatogram (TIC), tanpa kalibrasi standar internal.

Katalis dari temperatur hidrotermal dengan yield tertinggi (180°C) diuji lima siklus berturut-turut. Setelah tiap siklus, katalis dipisahkan dengan penyaringan, dicuci dengan metanol, dikeringkan, dan dikalsinasi ulang sebelum dipakai pada siklus berikutnya dengan perlakuan suhu, waktu, dan kalsinasi ulang yang sama seperti diatas . Karena massa katalis yang tersedia menurun setiap siklus (1,087; 1,041; 0,876; 0,625; dan 0,586 g), massa minyak (36,228; 34,709; 29,307; 20,838; 19,535 g) dan metanol disesuaikan agar dosis katalis tetap 3% b/b dan rasio molar 12:1. Yield, densitas, dan viskositas dihitung dengan cara yang sama seperti di atas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 3 dan Tabel 4 merupakan hasil XRF bahan baku setelah perlakuan, yaitu cangkang telur terkalsinasi dan POFA pascapelindian-kalsinasi, bukan katalis CaO-SiO_2 akhir. Oleh karena itu, data ini hanya menunjukkan komposisi bahan penyusun dan tidak membuktikan komposisi fase atau kemurnian katalis akhir pada tiap temperatur.

Cangkang telur terkalsinasi didominasi CaO (99,52% dari oksida terdeteksi), dengan pengotor minor (SO_3, Fe_2O_3, Co_3O_4, CuO). Nilai ini sejalan dengan CaO sekitar 99% dari kalsinasi cangkang telur pada 900°C pada literatur (Tangboriboon *et al.*, 2012), yang menggunakan cangkang telur bebek dan waktu kalsinasi 1 jam. Karena XRF dilakukan dalam mode *standardless*, angka tersebut adalah komposisi relatif oksida terdeteksi dan tidak mencakup unsur ringan.

POFA pascaperlakuan mengandung SiO_2 83,4%, lebih tinggi daripada 79,45% yang dilaporkan Uba *et al.* (2024) untuk POFA, namun pengotor K_2O (7,37%) dan Fe_2O_3 (4,47%) masih cukup besar sehingga pelindian asam tidak menghilangkan seluruh logam pengotor. Karena POFA mentah tidak dianalisis XRF pada penelitian ini, efektivitas pelindian tidak dapat dikuantifikasi; perbandingan dengan literatur bersifat indikatif karena asal POFA berbeda. Sifat amorf dan keberadaan gugus silanol silika tidak diukur (tanpa XRD/FTIR).

Luas permukaan BET katalis pada berbagai temperatur hidrotermal disajikan pada Tabel 5. Luas permukaan meningkat dari 20,7 m^2/g (120°C) hingga maksimum 35,6 m^2/g (160°C), kemudian menurun menjadi 25,3 m^2/g (180°C) dan 22,8 m^2/g (200°C). Tren ini menunjukkan bahwa temperatur hidrotermal berkaitan dengan perubahan luas permukaan katalis, namun karena tanpa ulangan, besarnya perbedaan tidak dapat dinyatakan signifikan secara statistik. Penyebab penurunan di atas 160°C (misalnya perubahan struktur pori atau pertumbuhan partikel) tidak dapat dipastikan karena tidak ada data volume/ukuran pori, XRD, atau SEM.

Hasil transesterifikasi menggunakan katalis pada tiap temperatur hidrotermal disajikan pada Tabel 6. Yield meningkat dari 80,2% (120°C) menjadi 82,4% (140°C), 85,1% (160°C), dan maksimum 87,3% (180°C), lalu turun menjadi 79,3% pada 200°C. Dengan demikian 180°C adalah kondisi dengan yield tertinggi yang teramati di antara kondisi yang diuji; ini belum dapat disebut kondisi optimum yang terkonfirmasi, karena setiap kondisi hanya satu kali percobaan dan selisih 180°C terhadap 160°C hanya 2,2 poin persentase, yang mungkin masih berada dalam rentang ketidakpastian pengukuran (volume produk diukur dengan gelas ukur).

Hubungan antara luas permukaan dan yield tidak monoton. Pada 120°C dan 200°C, yang memiliki luas permukaan terendah (20,7 dan 22,8 m^2/g), yield juga terendah (80,2% dan 79,3%), sejalan dengan peran luas

permukaan sebagai penyedia situs aktif yang dapat diakses reaktan. Akan tetapi, luas permukaan tertinggi (160°C; 35,6 m^2/g) tidak menghasilkan yield tertinggi; yield tertinggi justru pada 180°C dengan luas permukaan 25,3 m^2/g. Dalam katalisis basa heterogen, aktivitas ditentukan bukan hanya oleh luas permukaan total, tetapi juga oleh jumlah dan kekuatan situs basa, aksesibilitas situs bagi molekul trigliserida yang besar, serta kemungkinan kontribusi CaO yang terlindi ke fase cair. Faktor-faktor tersebut tidak diukur pada penelitian ini (hanya XRF bahan baku dan BET), sehingga penjelasan mengapa katalis 180°C berperforma lebih baik, misalnya pembentukan fase kalsium silikat atau situs basa yang lebih kuat, hanya dapat diajukan sebagai hipotesis yang perlu diuji dengan XRD, pengukuran kebasaan (misalnya titrasi Hammett atau CO_2-TPD), dan data distribusi pori. Selain itu, karena kalsinasi akhir pada 800°C dilakukan untuk semua sampel, pengaruh temperatur hidrotermal terhadap struktur akhir katalis perlu dipisahkan dari pengaruh kalsinasi melalui karakterisasi katalis akhir.

Densitas seluruh sampel (859–881 kg/m^3) berada dalam rentang SNI 7182:2015 (850–890 kg/m^3), demikian pula viskositas (4,4–5,0 mm^2/s; rentang 2,3–6,0 mm^2/s). Pernyataan ini terbatas pada dua parameter tersebut dan pada nilai pengukuran tunggal; parameter SNI lain (misalnya angka asam, titik nyala, dan gliserol) tidak diuji sehingga kesesuaian biodiesel dengan seluruh SNI 7182:2015 tidak dapat disimpulkan. Perlu dicatat bahwa SNI menetapkan massa jenis pada 40°C; jika densitas diukur pada suhu berbeda, perbandingan ini bersifat indikatif.

Analisis GC-MS dilakukan pada satu sampel biodiesel dari katalis 180°C (yield tertinggi); kromatogram disajikan pada Gambar 1 dan komposisi pada Tabel 7. Puncak 1–9 teridentifikasi sebagai metil ester asam lemak (FAME) dan puncak 10 (2-etoksi-2-metilpropana) bukan FAME.

Total luas area puncak FAME teridentifikasi (puncak 1–9) mencapai 99,97% dari total luas area kromatogram, sedangkan puncak 10 (0,03%) bukan FAME. Nilai ini merupakan persentase area relatif GC-MS sehingga tidak setara dengan kadar ester (% massa) pada SNI 7182:2015 yang mensyaratkan minimum 96,5%. Komponen utama adalah metil oleat (46,47%) dan metil palmitat (39,18%), diikuti metil linoleat (8,12%) dan isomer C18:0 (4,49%). Komposisi ini menunjukkan bahwa produk didominasi oleh metil ester asam lemak (Gargazi et al., 2022). Analisis dilakukan pada satu sampel (katalis 180°C) dan identifikasi puncak 4 bersifat tentatif (SI 82%).

Tabel 3. Hasil XRF cangkang telur terkalsinasi (900°C, 3 jam)

Komponen	Konsentrasi (%)
CaO	99,52
SO_3	0,10
Fe_2O_3	0,065
Co_3O_4	0,077
CuO	0,03
Lainnya	0,19

Tabel 4. Hasil XRF POFA setelah pelindian asam HCl 1 M dan kalsinasi 700°C

Komponen	Konsentrasi (%)
SiO_2	83,4
P_2O_5	1,5
K_2O	7,37
CaO	2,46
Fe_2O_3	4,47

Komponen	Konsentrasi (%)
Lainnya	0,80

Katalis 180°C diuji lima siklus (Tabel 8). Yield menurun dari 87,3% (siklus 1) menjadi 74,8%, 72,6%, 67,8%, dan 66,6% pada siklus 2–5. Penurunan absolut dari siklus 1 ke 5 adalah 20,8 poin persentase, atau 23,8% relatif terhadap yield awal; yield siklus 5 setara 76,2% dari yield siklus 1. Penurunan terbesar terjadi pada siklus 2 (12,5 poin persentase). Katalis dengan demikian masih menghasilkan biodiesel hingga siklus kelima, tetapi aktivitasnya menurun cukup nyata, sehingga hasil ini tidak dapat disebut stabilitas aktivitas yang tinggi.

Tabel 5. Luas permukaan BET katalis $CaO\text{-}SiO_2$ pada temperatur hidrotermal 120–200°C

Temperatur hidrotermal (°C)	Luas permukaan BET (m^2/g)
120	20,7
140	29,9
160	35,6
180	25,3
200	22,8

Tabel 6. Yield, densitas, dan viskositas biodiesel pada katalis dengan variasi temperatur hidrotermal

Temperatur (°C)	Yield (%)	Densitas (kg/m^3)	Viskositas (mm^2/s)
120	80,2	875	4,7
140	82,4	862	4,4
160	85,1	859	5,0
180	87,3	879	4,5
200	79,3	881	5,0

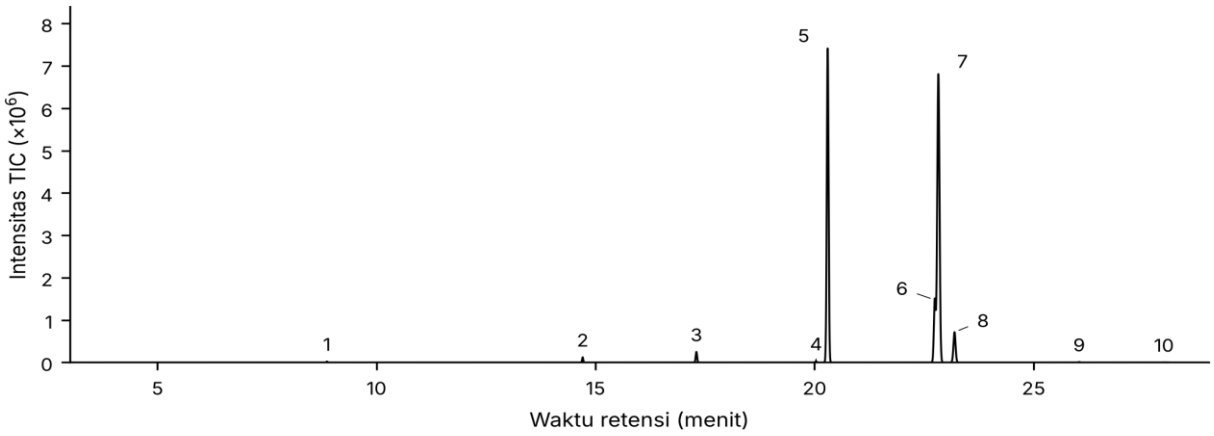
Tabel 7. Komposisi biodiesel dari katalis 180°C berdasarkan GC-MS (luas area relatif)

Puncak	Waktu retensi (menit)	Komponen (nama pustaka)	Rumus molekul	Area (%)
1	8,869	*Octanoic acid, methyl ester*	$C_9H_{18}O_2$	0,07
2	14,707	*Dodecanoic acid, methyl ester*	$C_{13}H_{26}O_2$	0,41
3	17,303	*Methyl tetradecanoate*	$C_{15}H_{30}O_2$	1,05
4	20,034	*9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester* (tentatif, SI 82%)	$C_{19}H_{36}O_2$	0,12
5	20,300	*Hexadecanoic acid, methyl ester* (metil palmitat)	$C_{17}H_{34}O_2$	39,18
6	22,745	*9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester* (metil linoleat)	$C_{19}H_{34}O_2$	8,12
7	22,827	*9-Octadecenoic acid, methyl ester* (metil oleat)	$C_{19}H_{36}O_2$	46,47
8	23,195	*Heptadecanoic acid, 16-methyl-, methyl ester* (isomer C18:0)	$C_{19}H_{38}O_2$	4,49
9	26,040	*Eicosanoic acid, methyl ester*	$C_{21}H_{42}O_2$	0,06

Puncak	Waktu retensi (menit)	Komponen (nama pustaka)	Rumus molekul	Area (%)
10	27,975	*Propane, 2-ethoxy-2-methyl-* (bukan FAME)	$C_6H_{14}O$	0,03
		Total		100,00

Tabel 8. Yield, densitas, dan viskositas biodiesel pada uji reusabilitas katalis 180°C

Siklus	Yield (%)	Densitas (kg/m^3)	Viskositas (mm^2/s)
1	87,3	879	4,5
2	74,8	860	3,7
3	72,6	851	3,2
4	67,8	851	2,8
5	66,6	850	3,0



Gambar 1. Kromatogram GC-MS (TIC) biodiesel dari katalis 180°C, digambar ulang dari data *peak report* (waktu retensi, tinggi, dan rasio luas/tinggi puncak). Nomor puncak sesuai Tabel 7.

Massa katalis yang tersedia menurun dari 1,087 g (siklus 1) menjadi 0,586 g (siklus 5), sehingga skala reaksi pada siklus 4–5 hanya sekitar separuh siklus 1 (volume biodiesel 15–17 mL). Penurunan massa ini kemungkinan mencerminkan kehilangan katalis selama pemisahan, pencucian, dan pengeringan, dan skala yang lebih kecil dapat meningkatkan ketidakpastian relatif pengukuran yield; keduanya perlu diperhatikan saat menafsirkan penurunan yield.

Penyebab penurunan aktivitas pada katalis berbasis CaO yang umum dilaporkan literatur mencakup pelindian spesies aktif Ca ke fase cair, penutupan situs aktif oleh gliserol atau senyawa organik, dan karbonasi/hidrasi permukaan akibat kontak dengan udara (Ooi *et al.*, 2021). Mekanisme-mekanisme ini merupakan kemungkinan dan tidak dikonfirmasi oleh data penelitian ini karena katalis bekas tidak dikarakterisasi (XRD, BET, atau analisis kandungan Ca pada produk).

Densitas dan viskositas biodiesel menurun seiring siklus (879 menjadi 850 kg/m^3; 4,5 menjadi 3,0 mm^2/s) meskipun yield menurun. Seluruh nilai masih dalam rentang SNI untuk kedua parameter; viskositas siklus 4 (2,8 mm^2/s) dan siklus 5 (3,0 mm^2/s) berada di atas batas minimum 2,3 mm^2/s, tetapi mendekatinya, dan densitas siklus 5 (850 kg/m^3) tepat pada batas bawah 850 kg/m^3. Karena komposisi produk pada siklus 2–5 tidak dianalisis, penyebab tren ini belum dapat dijelaskan, dan penelitian lanjutan perlu memeriksa faktor-faktor

seperti sisa metanol, kelengkapan pengeringan produk, suhu pengukuran, dan komposisi FAME pada tiap siklus.

Keterbatasan penelitian ini adalah: (1) tanpa ulangan sehingga tidak ada simpangan baku dan uji statistik; (2) karakterisasi hanya XRF bahan baku dan BET katalis, tanpa XRD, SEM, data pori, maupun uji kebasaan; (3) GC-MS hanya satu sampel dengan kuantifikasi area relatif; (4) hanya densitas dan viskositas dari parameter SNI 7182:2015 yang diukur; dan (5) katalis bekas tidak dikarakterisasi.

KESIMPULAN

Pada rentang 120–200°C, temperatur hidrotermal berkaitan dengan perbedaan luas permukaan BET katalis CaO-SiO_2 (20,7–35,6 m^2/g, tertinggi pada 160°C) dan yield biodiesel (79,3–87,3%, tertinggi 87,3% pada katalis 180°C); karena tanpa ulangan, hasil ini bersifat deskriptif dan belum menunjukkan kondisi optimum yang terkonfirmasi. Luas permukaan tertinggi tidak selalu berbanding lurus dengan yield tertinggi, sehingga faktor lain selain luas permukaan perlu dikaji melalui karakterisasi tambahan (XRD, kebasaan, distribusi pori). Densitas (850–881 kg/m^3) dan viskositas (2,8–5,0 mm^2/s) seluruh sampel berada dalam rentang SNI 7182:2015 untuk kedua parameter tersebut; kesesuaian terhadap parameter SNI lain belum diuji. GC-MS satu sampel menunjukkan bahwa 99,97% luas area relatif berasal dari FAME yang teridentifikasi. Katalis 180°C masih menghasilkan biodiesel hingga siklus kelima, tetapi yield menurun dari 87,3% menjadi 66,6% (retensi 76,2%).

DAFTAR PUSTAKA

Basumatary, S.F., Brahma, S., Hoque, M., Das, B.K., Selvaraj, M., Brahma, S., & Basumatary, S. 2023. Advances in CaO-based catalysts for sustainable biodiesel synthesis. *Green Energy and Resources*, 1(3): 100032. https://doi.org/10.1016/j.gerr.2023.100032

Gargazi, G., Hendrawani, H., & Hulyadi, H. 2022. Identifikasi karakter biodiesel minyak jelantah menggunakan instrumen gas chromatography mass spectroscopy (GC-MS). *Empiricism Journal*, 3(2): 333–340. https://doi.org/10.36312/ej.v3i2.1083

Helwani, Z., Ramli, M., Saputra, E., Putra, Y.L., Simbolon, D.F., Othman, M.R., & Idroes, R. 2020. Composite catalyst of palm mill fly ash-supported calcium oxide obtained from eggshells for transesterification of off-grade palm oil. *Catalysts*, 10(7): 724. https://doi.org/10.3390/catal10070724

Kurniawan, E., Ningsih, J.R., Manurung, N.E.P., Hermialingga, S., Burhan, A., Yahya, M.A., Prasetyo, T., & Dewantara, B. 2024. Sintesis dan karakterisasi kalsium oksida (CaO) dari limbah cangkang telur ayam. *[nama jurnal perlu dicek]*, [volume(nomor)]: [halaman].

Lani, N.S., Ngadi, N., & Taib, M.R. 2017. Parametric study on the transesterification reaction by using CaO/silica catalyst. *Chemical Engineering Transactions*, 56: 601–606. https://doi.org/10.3303/CET1756101

Nurhayati, N., Muhdarina, M., Linggawati, A., & Siregar, S.S. 2025. Synthesis and characterization of CaO-SiO_2 heterogeneous catalyst of blood cockle shells and coconut fiber ash for biodiesel production from crude palm oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 25(4): 998–1011. https://doi.org/10.22146/ijc.91444

OECD/FAO. 2022. OECD-FAO Agricultural Outlook 2022–2031. OECD Publishing, Paris. https://doi.org/10.1787/f1b0b29c-en

Ooi, H.K., Koh, X.N., Ong, H.C., Lee, H.V., Mastuli, M.S., Taufiq-Yap, Y.H., Alharthi, F.A., Alghamdi, A.A., & Mijan, N.A. 2021. Progress on modified calcium oxide derived waste-shell catalysts for biodiesel production. *Catalysts*, 11(2): 194. https://doi.org/10.3390/catal11020194

Pandiangan, K.D., Jamarun, N., Arief, S., Simanjuntak, W., & Rilyanti, M. 2016. The effect of calcination temperatures on the activity of CaO and CaO/SiO_2 heterogeneous catalyst for transesterification of rubber seed oil in the presence of coconut oil as a co-reactant. *Oriental Journal of Chemistry*, 32(6): 3021–3026. https://doi.org/10.13005/ojc/320622

Pandiangan, K.D., Satria, H., Sembiring, Z., Simanjuntak, W., Alista, D.I., Bramanthio, N., & Putra, R.N. 2024. High-performance CaO/SiO_2 composite prepared from limestone and pumice silica as catalyst for rubber seed oil transesterification. *Rasayan Journal of Chemistry*, 17(1): 14–20. https://doi.org/10.31788/RJC.2024.1718684

Prasetyo, J. 2018. Studi pemanfaatan minyak jelantah sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia*, 2(2): 45–54. https://doi.org/10.32493/jitk.v2i2.1679

Randive, A.B., Gaikwad, S.K., Khadake, S.B., & Mallad, H.M. 2024. Biodiesel: a renewable source of fuel. *International Journal of Advanced Research in Science, Communication and Technology*, 12(4): 7–12. https://doi.org/10.48175/IJARSCT-22836

Strekalova, A.A., Shesterkina, A.A., Kustov, A.L., & Kustov, L.M. 2023. Recent studies on the application of microwave-assisted method for the preparation of heterogeneous catalysts and catalytic hydrogenation processes. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(9): 8272. https://doi.org/10.3390/ijms24098272

Tangboriboon, N., Kunanuruksapong, R., & Sirivat, A. 2012. Preparation and properties of calcium oxide from eggshells via calcination. *Materials Science-Poland*, 30(4): 313–322. https://doi.org/10.2478/s13536-012-0055-7

Uba, A.R., Jamo, H.U., Ismail, U.I., Musa, F.U., & Gwadabe, S.H. 2024. The determination of heterogeneous catalytic performance of palm oil fuel ash (POFA) in the production of biodiesel via transesterification of jatropha oil. *Science World Journal*, 19(1): 13–16. https://doi.org/10.4314/swj.v19i1.3