

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pembuatan Biodiesel

Bahan bakar adalah bahan-bahan yang digunakan dalam proses pembakaran sehari-hari. Bahan bakar adalah suatu materi apapun yang bisa diubah menjadi energi. Bahan bakar juga sudah menjadi kebutuhan bagi manusia, sedangkan bahan bakar di Indonesia ini sudah semakin menipis persediaannya. Bahan bakar yang di pergunakan dapat di klasifikasikan dalam tiga kelompok yakni bahan bakar berbentuk, gas, padat, dan cair. Bahan bakar gas adalah semua jenis bahan bakar yang berbentuk gas, biasanya bahan bakar gas ini termasuk golongan bahan bakar fosil. Bahan bakar gas sering digunakan di tempat-tempat yang banyak menghasilkan gas yang ekonomis, yakni gas alam, gas dapur kokas, gas dapur tinggi, dan gas dari pabrik gas. Bahan bakar padat merupakan bahan bakar berbentuk padat, dan kebanyakan menjadi sumber energi panas. Misalnya kayu dan batubara. Energi panas yang dihasilkan bisa digunakan untuk memanaskan air menjadi uap untuk menggerakkan peralatan dan menyediakan energi. Bahan bakar cair diperoleh dari minyak bumi yang dalam kelompok ini ialah bensin atau premium, kerosen atau minyak tanah, minyak solar, avtur, dan lain-lain.

Solar merupakan bahan bakar yang tergolong paling banyak digunakan karena kebanyakan alat transportasi, alat pertanian, penggerak generator listrik dan peralatan berat lainnya menggunakan solar sebagai sumber energi. Mengingat arti penting solar serta cadangan minyak bumi yang semakin menipis, selain itu hasil pembakaran dari petrodiesel (solar) menyebabkan polusi udara, sehingga dapat membahayakan kesehatan manusia, karena asap hitam yang ditimbulkan dari proses pembakaran mengandung partikulat dan gas yang berbahaya (Krivoshto, 2008; Rounce, 2012 dalam Rubianto et al., 2013). Adapun standar mutu minyak diesel (solar) di Indonesia dapat dilihat pada Gambar 2.1. Berbagai upaya telah dilakukan untuk mencari energi alternatif pengganti bahan bakar diesel tersebut. Bahan bakar alternatif yang saat ini sangat menjanjikan sebagai pengganti petrodiesel adalah minyak sawit dan hasil olahannya yang disebut dengan biodiesel (Pusat Studi Energi Universitas Gadjah Mada, 2011).

No.	Karakteristik	Satuan	Batasan		Metode Uji	
			Min.	Maks.	ASTM	Lainnya
1.	Angka Setana :					
	Angka Setana atau Indeks Setana	-	51	-	D613	-
2.	Berat Jenis (pada Suhu 15°C)	kg/m ³	810	850	D4052/ D1298	-
	Viskositas (pada Suhu 40°C)	mm ² /s	2,0	4,5	D445	-
4.	Kandungan Sulfur	% m/m	-	0,05 0,005 ¹⁾	D4294/ D5453/ D2622	-
5.	Distilasi : 95% vol. Penguapan	°C	-	370	D86	-
6.	Titik Nyala	°C	55	-	D93	-
7.	Titik Kabut, atau	°C	-	18	D2500/ D5773	-
	Titik Tuang	°C	-	18	D97/ D5949	-
8.	Residu Karbon	% m/m	-	0,1	D189/ D4530	-
9.	Kandungan Air	mg/kg	-	280	D6304	-
10.	Korosi Bilah Tembaga	Kelas	-	Kelas 1	D130	-
11.	Kandungan Abu	% m/m	-	0,01	D482	ISO EN6245
12.	Kandungan Sedimen	% m/m	-	0,01	D473	-
13.	Bilangan Asam Kuat	mg KOH/g	0		D664	-
14.	Bilangan Asam Total	mg KOH/g	-	0,3	D664	-
15.	Kontaminasi Partikulat	mg/ l	-	10	D6217	-
16.	Penampilan Visual	-	Jernih dan Terang		-	Visual
17.	Warna	No. ASTM	-	1	D1500	-
18.	Lubrisitas (HFRR wear scar dia.@60°C)	mikron	-	460	D6079	-

Sumber: Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia Direktorat Jenderal Minyak dan Gas Bumi, 2020

Gambar 2.1 Standar Mutu Minyak Solar di Indonesia

Biodiesel berdasarkan pengertian *American Society for Testing Materials* (ASTM) merupakan mono alkil ester asam lemak panjang yang diperoleh dari turunan bahan baku lemak seperti minyak nabati ataupun minyak hewani sebagai sumber energi yang dapat diperbaharui (ASTM, 2003 dalam Kartika, et al., 2012). Biodiesel dapat digunakan sebagai pengganti bahan bakar minyak bumi. Hal ini dikarenakan biodiesel memiliki kemiripan karakteristik dengan bahan bakar petrodiesel (Noiroj, 2009 dalam Indra, 2011). Akan tetapi, hasil pembakaran dari petrodiesel menyebabkan polusi udara, sehingga dapat membahayakan kesehatan manusia, karena asap hitam yang ditimbulkan dari proses pembakaran mengandung partikulat dan gas yang berbahaya (Krivoshto, 2008; Rounce, 2012 dalam Rubianto et al., 2013). Menurut Romero, et al. (2011) bahwa biodiesel memiliki karakteristik

sebagai berikut, yaitu bersifat *biodegradable* yang tinggi, tidak beracun, Beberapa kelebihan lainnya yang dimiliki oleh biodiesel dibandingkan dengan bahan bakar fosil, yaitu dapat diperbarui, dan tidak menghasilkan emisi dalam bentuk oksida, nitrogen, timbal, sulfur dan sebagainya, seperti yang diemisikan oleh minyak diesel (Riza et al., 2013). Biodiesel dapat dibuat dari reaksi transesterifikasi maupun esterifikasi. Adapun SNI biodiesel (SNI 7182:2015) dapat dilihat pada Gambar 2.2

No	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
1	Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850 – 890
2	Viskositas kinematik pada 40 °C	mm ² /s (cSt)	2,3 – 6,0
3	Angka setana	min	51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C, min	100
5	Titik kabut	°C, maks	18
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50 °C)		nomor 1
7	Residu karbon - dalam percontoh asli; atau - dalam 10% ampas distilasi	%-massa, maks	0,05 0,3
8	Air dan sedimen	%-volume, maks	0,05
9	Temperatur distilasi 90%	°C, maks	360
10	Abu tersulfatkan	%-massa, maks	0,02
11	Belerang	mg/kg, maks	50
12	Fosfor	mg/kg, maks	4
13	Angka asam	mg-KOH/g, maks	0,5
14	Gliserol bebas	%-massa, maks	0,02
15	Gliserol total	%-massa, maks	0,24

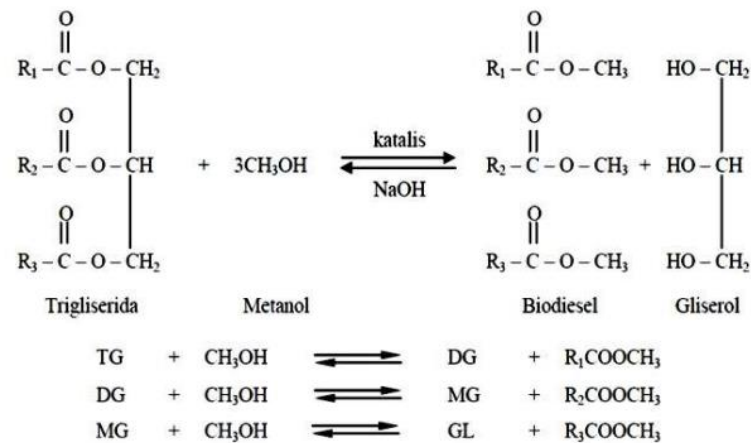
Sumber: Badan Standardisasi Nasional

Gambar 2.2 SNI Biodiesel

2.1.1 Transesterifikasi

Transesterifikasi biasa disebut dengan alkoholisis adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi metil ester, melalui reaksi dengan alkohol, dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Proses transesterifikasi biasanya ditujukan untuk membuat biodiesel dengan menggunakan bahan baku yang memiliki kadar FFA (*Free Fatty Acid*) rendah yaitu < 2%. Tujuan dari proses transesterifikasi ini adalah untuk menurunkan viskositas atau kekentalan minyak sehingga mendekati viskositas dari solar. Hal ini dikarenakan nilai viskositas yang tinggi. Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada temperatur rendah (misalnya paling tinggi 120°C), reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih. Semakin lama waktu transesterifikasi menyebabkan trigliserida minyak semakin banyak yang

terkonversi menjadi metil ester. Hal ini disebabkan oleh jumlah trigliserida yang berkurang dan bereaksi dengan metanol membentuk asam lemak metil ester. Reaksi transesterifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Sumber: Heryani, 2018

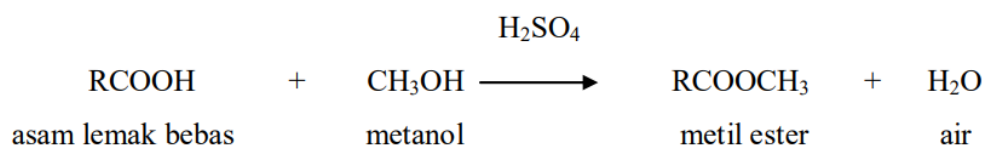
Gambar 2.3 Reaksi Transesterifikasi

Pada reaksi transesterifikasi banyak digunakan bermacam-macam jenis alkohol antara lain metanol, etanol, propanol dan butanol. Metanol sering digunakan disebabkan lebih mudah dikerjakan karena biaya yang lebih rendah dan memiliki keuntungan fisika dan kimia seperti lebih polar dan mempunyai ikatan alkohol dengan gugus paling pendek.

2.1.2 Esterifikasi

Esterifikasi Menurut SNI-04-7182-2006 biodiesel adalah ester alkil (metil, etil, isopropil dan sejenisnya) dari asam-asam lemak. Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah zat berkarakter asam kuat dan, karena ini, asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial. Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada temperatur rendah (misalnya paling tinggi 120°C), reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih. Reaksi esterifikasi tidak hanya mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester tetapi juga mengubahnya

menjadi trigliserida meskipun dengan kecepatan reaksi yang lebih rendah dibandingkan dengan katalis basa (Freedman et al., 1984).



Sumber: Heryani, 2018

Gambar 2.4 Reaksi Esterifikasi dari Asam Lemak menjadi Metil Ester

Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi (berangka asam ≥ 5 mg- KOH/g). Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversikan menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasa diikuti dengan tahap transesterifikasi. Namun sebelum produk esterifikasi diumpungkan ke tahap transesterifikasi, air dan bagian terbesar katalis asam yang dikandungnya harus disingkirkan terlebih dahulu (Heryani, 2018).

2.2 Minyak Jelantah

Minyak jelantah (*waste cooking oil*) merupakan minyak goreng bekas yang diperoleh dari minyak nabati hasil penggorengan yang pemakaiannya sudah lebih dari dua kali. Minyak jelantah berasal dari minyak nabati dapat diperoleh dari tumbuh-tumbuhan. Minyak nabati memiliki komposisi trigliserida asam lemak (mempunyai kandungan terbanyak dalam minyak nabati hingga 95%), asam lemak bebas (*Free Fatty Acid*), mono- dan digliserida, serta beberapa komponen lain seperti phosphoglycerides, vitamin, mineral, atau sulfur (Mitellbach & Remscmidt, 2004).

Menurut (Mahreni, 2010), proses pemanasan yang terjadi saat minyak goreng digunakan akan mengubah sifat fisika-kimia minyak. Pemanasan dapat mempercepat hidrolisis trigliserida dan meningkatkan kandungan asam lemak bebas (FFA) di dalam minyak. Secara fisik, minyak jelantah lebih kental dibandingkan dengan minyak goreng segar. Hal ini disebabkan oleh pembentukan dimer dan polimer asam dan gliserida di dalam minyak goreng bekas karena pemanasan sewaktu digunakan. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh

(Mahreni, 2010) kandungan asam lemak pada minyak jelantah ditunjukkan pada Tabel 2.1 berikut ini.

Tabel 2.1 Komposisi Asam Lemak pada Minyak Jelantah

Asam Lemak	Kandungan pada Minyak Jelantah
Lauric (12:0)	9,95
Myristic (14:0)	0,19
Palmitic (16:0)	8,9
Palmitoleic (16:0)	0,22
Stearic (18:0)	3,85
Oleic (18:0)	30,71
Linoleic (18:3)	54,35
Linolenic (18:3)	0,27
Arachidic (20:0)	0,29
Eicosenic (20:1)	0,18

Sumber: (Mahreni, 2010)

Meskipun minyak jelantah bersifat limbah karsinogenik tetapi minyak jelantah dapat didaur ulang menjadi energi terbarukan, salah satunya menjadi produksi biodiesel melalui tahapan proses kimiawi dan pemanasan. Keuntungan dari minyak jelantah adalah harganya yang lebih murah daripada minyak nabati murni lain dan berdasarkan hasil penelitian terdahulu, kualitas biodiesel yang dihasilkan dari minyak jelantah memiliki kualitas yang kurang lebih sama dengan biodiesel dari minyak sawit (Suzihaque dkk., 2022). Pembuatan biodiesel dengan bahan baku minyak jelantah dipengaruhi oleh peningkatan kadar asam lemak bebas hasil oksidasi dari minyak jelantah itu sendiri (Nuraeni dkk, 2019). Pemanasan dapat mempercepat hidrolisis trigliserida dan meningkatkan kandungan asam lemak bebas (FFA) di dalam minyak (Ishaq dkk, 2021). Peningkatan kadar asam lemak bebas dapat mengganggu proses transesterifikasi dimana asam lemak bebas yang terdapat di dalamnya akan terkonversi menjadi sabun yang menyebabkan konversi trigliserida menjadi biodiesel tidak efektif karena sejumlah katalis terkonsumsi oleh reaksi penyabunan (Haryono dkk, 2010). Oleh karena itu, dalam reaksi transesterifikasi kadar FFA dalam minyak jelantah yang digunakan harus $< 2\%$. Apabila kadar FFA dalam minyak jelantah $> 2\%$, maka harus dilakukan penurunan kadar FFA terlebih dahulu melalui proses esterifikasi dan diikuti proses transesterifikasi setelahnya (Anisah dkk, 2018).

2.3 Katalis

Katalis berfungsi menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Katalis merupakan zat yang ditambahkan dalam sistem reaksi untuk mempercepat reaksi. Katalis dapat menyediakan situs aktif yang berfungsi untuk mempertemukan reaktan dan menyumbangkan energi dalam bentuk panas sehingga molekul pereaktan mampu melewati energi aktivasi secara lebih mudah. Dalam reaksi pembuatan biodiesel diperlukan katalis karena reaksi cenderung berjalan lambat. Katalis yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dapat berupa katalis basa maupun katalis asam. Dengan katalis basa reaksi berlangsung pada suhu kamar sedangkan dengan katalis asam reaksi baru berjalan baik pada suhu sekitar 100°C. Bila tanpa katalis, reaksi membutuhkan suhu minimal 250°C (Kirk & Othmer, 1980). Untuk menilai baik tidaknya suatu katalis, ada beberapa parameter yang harus diperhatikan, antara lain sebagai berikut:

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
4. Rendemen katalis/*yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula. (Budiman, dkk., 2014)

Berdasarkan fasanya, katalis dibedakan atas dua jenis (Siregar, 2018):

1. Katalis Homogen

Katalis yang memiliki fasa yang sama dengan medium reaksi, dimana katalis akan bercampur homogen dengan zat pereaksi. Kekurangan dari katalis ini adalah katalis akan sukar dipisahkan dari produk pada akhir reaksi.

2. Katalis Heterogen

Katalis ini memiliki fasa berbeda dengan mediumnya (katalis padat dan substrat adalah gas maupun cairan), dimana katalis tidak bercampur homogen

dengan zat pereaksi. Kelebihan dari katalis ini yaitu memungkinkan pemisahan yang mudah dan penggunaan kembali, serta lebih stabil terhadap perlakuan panas dibandingkan katalis (Richardson, 1989). Katalis heterogen biasanya disusun oleh komponen-komponen yang dapat menunjang sifat dan fungsi katalitik yang diinginkan. Komponen tersebut antara lain (Richardson, 1989):

a. **Komponen Aktif**

Komponen aktif atau biasa disebut fasa aktif merupakan pengemban fungsi utama katalis yaitu bertanggung jawab mempercepat dan mengarahkan reaksi

b. *Support*

Merupakan komponen yang berperan dalam pemilihan area permukaan bagi komponen aktif. Sifat bahan yang dipertimbangkan dalam pemilihan support adalah kekuatan mekanik, kestabilan pada rentang kondisi reaksi, luas permukaan yang besar, porositas, serta harga terjangkau. Pemilihan support sangat penting dalam proses pembuatan katalis heterogen karena akan menentukan luas permukaan, porositas, stabilitas, aktifitas dan selektifitas katalis. Contoh support yang paling banyak digunakan misalnya alumina, silika alumina, silika, karbon, zeolit, dll.

c. **Promotor**

Promotor adalah agen ketiga yang bila ditambahkan, sering dalam jumlah kecil, menghasilkan aktivitas yang diinginkan, selektivitas dan contoh paling penting dalam pengendalian stabilitas. Promotor didesain untuk membantu *support* atau fasa aktif.

2.4 Limbah Cangkang Telur

Sumatera Selatan khususnya kota Palembang memiliki berbagai jenis makanan khas yang menggunakan telur dalam proses pembuatannya seperti martabak, pempek, mie celor tekwan, model, dan lainnya. Banyaknya penggunaan telur dalam industri makanan di Palembang menghasilkan sampah berupa cangkang telur ayam. Umumnya, cangkang telur ayam termasuk limbah pangan yang selama ini belum banyak dimanfaatkan. Akan lebih baik bila jika limbah ini diubah menjadi barang yang lebih berguna dan memiliki nilai ekonomis. Berbagai penelitian telah

dilakukan sebelumnya guna memanfaatkan dan meningkatkan nilai ekonomis dari cangkang telur ayam, seperti pembuatan adsorben untuk meningkatkan kualitas minyak jelantah (Fitriyana, 2015).

Adapun penelitian lain melaporkan bahwa cangkang telur ayam dapat dibuat menjadi katalis dalam reaksi transesterifikasi trigliserida pada pembuatan biodiesel dengan yield tertinggi sebesar 78,2% (Syahputri, dkk 2020). Menurut Oko dkk (2019) cangkang telur mengandung CaCO_3 (98,43%); MgCO_3 (0,84%) dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (0,75%). Komponen utama dari cangkang telur yakni CaCO_3 dapat diubah menjadi CaO melalui proses kalsinasi. IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) juga mendefinisikan kalsinasi sebagai pemanasan hingga mencapai suhu yang tinggi di tengah-tengah udara atau oksigen. Proses kalsinasi CaCO_3 adalah proses pemanasan suatu zat untuk membebaskan CO_2 sehingga menghasilkan CaO , dengan persamaan reaksi berikut:



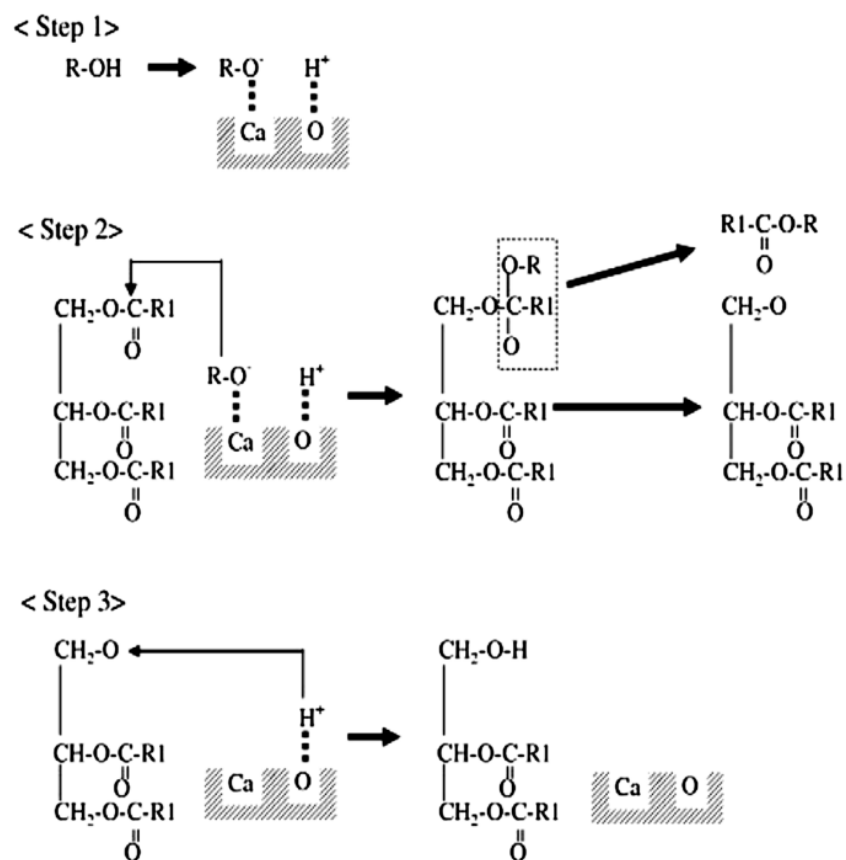
Oleh karena itu dapat diharapkan bahwa kulit telur dapat digunakan sebagai sumber CaO yang mempunyai kemurnian tinggi sehingga mampu berperan sebagai katalis.

2.5 Kalsium Oksida

CaO atau kalsium oksida merupakan salah satu jenis katalis heterogen basa dari kelompok oksida logam alkali tanah yang banyak digunakan karena memiliki kelarutan yang rendah dan memiliki kebasaaan yang tinggi sehingga memudahkan proses pemisahan dengan produk biodiesel (Nugraha dkk, 2016). Selain itu, CaO sebagai katalis heterogen padat dapat banyak menarik perhatian karena membutuhkan kondisi reaksi yang ringan, kurang berdampak buruk terhadap lingkungan, dan relatif murah karena dengan mudah ditemukan. (Witoon, 2014).

Pada *literature review* yang dilakukan oleh Zahara dkk (2020), suhu optimal kalsinasi cangkang telur adalah 900°C dengan waktu kalsinasi 2 jam. Hal ini dikarenakan pada suhu $> 800^\circ\text{C}$ CaCO_3 yang terkandung pada cangkang telur telah berubah sepenuhnya menjadi CaO (terjadi pelepasan CO_2) sehingga yield biodiesel yang dihasilkan menjadi lebih tinggi. Menurut Sihombing (2017), suhu kalsinasi 900°C dapat dijadikan acuan terbentuknya biodiesel.

Mekanisme reaksi yang terjadi pada reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO terdiri dari dua tahap reaksi, yaitu adsorpsi reaktan oleh permukaan katalis yang diikuti oleh reaksi antara reaktan dan desorpsi produk. Reaksi transesterifikasi dimulai dengan transfer proton dari metanol oleh sisi basa untuk membentuk anion metoksida. Anion metoksida kemudian menyerang gugus karbonil dari trigliserida untuk membentuk zat intermediet karbonil alkoksi. Kemudian, zat intermediet ini membelah menjadi dua molekul yaitu satu FAME (*Fat Acid Methyl Ester*) atau biodiesel dan satu molekul digliserida anionik. Pada tahap selanjutnya, serangan anion metoksida terhadap gugus karbonil digliserida membentuk satu FAME dan satu molekul monogliserida anionik. Tiga gugus karbonil menyerang gugus karbonil lagi dari monogliserida untuk membentuk FAME dan gliserol. Dari tiga tahap reaksi, tiga FAME (biodiesel) dan gliserol diperoleh sebagai produk samping (Kouzu dkk, 2008). Adapun mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO dapat dilihat pada Gambar 2.5



Sumber: (Kouzu dkk, 2008)

Gambar 2.5 Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO

Namun, dari uraian diatas, CaO memiliki kekurangan lain seperti laju reaksi yang rendah (Fiyansah, 2021) dan mudah bereaksi dengan udara yang mengandung air sehingga terbentuk $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan menyebabkan penurunan aktivitas katalitiknya (Oko, 2019). Selain itu, apabila digunakan secara langsung selama reaksi transesterifikasi akan terjadi *leaching*, dimana sisi aktif (Ca^{2+}) dari fase padat akan terlepas ke dalam fase liquid (biodiesel, metanol, dan gliserol) yang menyebabkan deaktivasi katalis dan mengurangi *yield* biodiesel. Untuk mengatasi hal tersebut, CaO dapat diimpregnasi pada penyangga atau *support* (Kesic dkk, 2016). Salah satu penyangga yang dapat digunakan adalah abu sekam padi dengan metode impregnasi.

2.6 Abu Sekam Padi

Sebagai negara agraris, Indonesia memproduksi berbagai jenis hasil pertanian, dimana salah satu hasil pertanian tersebut adalah padi. Hal ini berdampak pada banyaknya limbah hasil industri penggilingan padi yaitu sekam padi. Selama ini, pemanfaatan sekam padi kurang bernilai ekonomis karena hanya digunakan untuk pembakaran batu bata dan selebihnya ditimbun lalu dibakar hingga menjadi abu, dimana abu ini juga dapat menyebabkan pencemaran lingkungan (Kusyanto dkk, 2017). Akan lebih baik bila limbah ini dimanfaatkan agar dapat lebih berguna, bernilai ekonomis, dan tidak mencemari lingkungan.

Menurut Hindryawati dalam Simpen (2014), abu sekam padi memiliki komposisi utama berupa silika atau SiO_2 dengan kandungan 87-99% serta sebagian oksida anorganik seperti CaO, K_2O , dan MgO (Della, 2002). Menurut Jaya (2013), pengabuan sekam padi pada suhu 800°C menghasilkan SiO_2 sebesar 97%, Al_2O_3 0,41%, Fe_2O_3 0,09%, CaO 0,08%, MgO 0,30%, K_2O 0,87%, dan Na_2O 0,04%. Silika didalam abu sekam padi ini berpotensi untuk dijadikan *support* katalis. SiO_2 sering digunakan menjadi *support* katalis karena luas permukaannya yang tinggi, yaitu $158,329 \text{ m}^2/\text{g}$ (Simpen dkk, 2018) dan stabilitas termal dan mekanik yang tinggi (Richardson, 1989). Karakteristik ini menjadikan abu sekam padi sebagai pengembangan katalis yang potensial. Pemanfaatan abu sekam padi menjadi pengembangan

katalis dinilai sebagai langkah alternatif dalam memanfaatkan material yang kurang bernilai menjadi bernilai ekonomis.

2.7 Metode Impregnasi

Metode impregnasi sering digunakan untuk mensintesis katalis. Impregnasi adalah proses penjenuhan zat secara total. Tujuan dari metode ini adalah untuk mengisi pori-pori pengemban dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam, yaitu dengan merendam pengemban dalam larutan yang mengandung logam aktif (Dirwan, 2006). Dalam hal ini, fungsi dari pengemban adalah untuk menyediakan permukaan yang lebih luas agar lebih mudah menebarkan situs aktif, sehingga permukaan kontakannya menjadi lebih luas dan efisien. Bahan yang sering digunakan sebagai pengemban katalis adalah silika, alumina (Al_2O_3), dan karbon aktif (Richardson, 1989).

Impregnasi menjadi beberapa metode, diantaranya adalah impregnasi kering (*dry impregnation*) dan impregnasi basah (*wet impregnasi*). Pada impregnasi basah, penambahan jumlah larutan prekursor fasa aktif lebih besar dari 1,5 kali volume pori penyangga. Metode ini dapat menghasilkan deposisi prekursor fasa aktif yang sangat banyak pada bagian luar penyangga setelah dilakukan proses pengeringan dan juga menghasilkan distribusi fasa aktif pada bagian luar penyangga. Distribusi ini bermanfaat untuk mengurangi penetrasi reaktan ke dalam katalis, sehingga dapat meningkatkan aktivitas katalis. Sedangkan metode impregnasi kering, penambahan larutan prekursor fasa aktif kurang dari 1,2 kali volume pori penyangga. Metode yang umum digunakan dalam pembuatan katalis adalah impregnasi basah. Hal ini dilakukan karena proses pengerjaannya lebih mudah (Belekbir dkk, 2020).

Ketika suatu *support* dimasukkan ke dalam larutan yang mengandung komponen aktif, beberapa fenomena dapat terjadi di antaranya pertukaran ion, dan pembentukan senyawa pada permukaan. Bahan support umumnya terdiri dari oksida tahan api seperti SiO_2 , Al_2O_3 , atau TiO_2 . Bahan-bahan ini menunjukkan luas permukaan spesifik yang tinggi, porositas yang tinggi, dan stabilitas termal dan mekanik yang tinggi dan dengan berbagai ukuran pori, sementara sebagian besar merupakan bahan kimia inert. Permukaan pendukung oksida umumnya mengandung konsentrasi yang signifikan dari gugus hidroksil, yang bertindak

sebagai situs adsorpsi untuk kompleks logam dan merupakan kunci bagi banyak interaksi antara prekursor logam dan material pendukungnya (Bili, 2021).

Mekanisme impregnasi diketahui melalui beberapa tahapan penting, antara lain (Siregar, 2018):

1. Kontak *support* dengan prekursor fasa aktif dalam jangka waktu tertentu. Suatu katalis disintesis melalui metode impregnasi dilanjutkan pengeringan dimulai dengan mencampurkan larutan komponen aktif maupun prekursor dengan material berpori atau *support*. Impregnasi logam atau fasa aktif kedalam *support* dilakukan dengan penambahan senyawa *support* kedalam larutan dan dilakukan pengadukan hingga terbentuk bubur (*slurry*) dengan variasi waktu dimana semakin lama waktu pencampuran diharapkan semakin banyak logam yang mengisi pori-pori *support*.
2. Proses pengeringan *support*.
Campuran selanjutnya dikeringkan untuk menghilangkan molekul pelarut sehingga garam logam dapat mengendap pada permukaan pori penyangga pada. Sebelum aktivasi termal, hasil impregnasi dipanaskan dalam oven. Pengeringan, yang mengikuti impregnasi, biasanya dilakukan pada suhu antara 50-250°C, menyebabkan penguapan cairan pelarut.
3. Aktivasi katalis dengan kalsinasi. Proses ini bertujuan mengubah kompleks logam menjadi oksidanya. Kalsinasi berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida, sehingga menghasilkan logam dalam bentuk oksida. Selain itu, fungsi lain kalsinasi adalah untuk membantu logam aktif menempel pada pori penyangga (Taslim dkk, 2019).

2.8 Karakterisasi Katalis

Tentunya pemilihan metode karakterisasi katalis sangat tergantung pada keperluan atau kepentingannya secara ilmiah dan teknis, biaya karakterisasi, dan kemudahan akses peralatan. Secara garis besar, teknik karakterisasi katalis dapat dibagi menjadi beberapa macam berdasarkan sifat-sifat yang akan diteliti, antara lain:

1. Sifat – sifat partikel, meliputi: luas permukaan (*surface area*), porositas atau distribusi ukuran pori (adsorpsi uap pada suhu rendah, Hg porosimetry, dan incipient wetness), densitas, ukuran partikel, sifat-sifat mekanis, dan difusifitas.
2. Sifat-sifat permukaan (surface), meliputi: struktur dan morfologi (SEM, TEM, XRD, EXAFS, XPS, IR, Raman, UV-Vis), dispersi (chemisorption), dan keasaman (TPD).
3. Sifat-sifat bulk, meliputi: komposisi elemental (XRF, AAS), sifat-sifat senyawa atau struktur fasa (XRD, Raman, IR, DTA, TPR, TPO, TEM), struktur molekul (IR, Raman, UV-Vis, XAFS, NMR, dan EPR), serta reaktifitas bulk (XRD, UV-Vis, TGA, DTA, TPR, dan TPO).

Pada penelitian ini, digunakan analisis XRD untuk karakterisasi katalis yang dihasilkan. XRD untuk mengidentifikasi fasa-fasa kristal yang terbentuk dari katalis, struktur mikro kristal, dan senyawa yang terkandung pada katalis tersebut. Prinsip kerja XRD yaitu sampel uji berbentuk serbuk ditempatkan di suatu plat kaca. Kemudian sinar-X ditembakkan pada sampel uji dan mendifraksikan sinar ke segala arah. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Representasi dari pengujian XRD berupa grafik yang menunjukkan besar intensitas terhadap sudut difraksi. Berdasarkan sudut difraksi, dapat diketahui jenis senyawa yang terkandung pada sampel uji. Dari grafik tersebut juga dapat dilihat puncak difraksi, dimana setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Sihombing, 2017).