



Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Kapasitas Ion Katalis Asam Heterogen Berbasis Silika dan Aplikasinya pada Sintesis Metil Oleat

[The Effect of Calcination Temperature on the Ion Capacity of Heterogeneous Silica-Based Acid Catalysts and Its Application in the Synthesis of Methyl Oleate]

Joko Suryadi, Nanda Nabila✉, Syafa Neiska Bayhaqi, Eko Andrijanto

*Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung
Jl. Gegerkalong Hilir, Bandung 40599 Indonesia*

Abstract. Sulfated silica catalyst is a solid acid catalyst which in its application is used to accelerate esterification reactions. The purpose of this study was to determine the effect of calcination temperature and increasing the amount of catalyst on the effectiveness of silica as a catalyst in the formation of methyl oleate through esterification reactions. The synthesis of sulfuric acid catalyst from rice husk ash went through several stages, including preparation of raw material for rice husk ash, production of silica using the sol-gel method, manufacture of silica-based acid catalysts and characterization of the sulfated silica catalyst. The acid catalyst was prepared using impregnation method with sulfuric acid and calcined at various temperatures of 500, 600, 700 and 800°C. The characterization of the acid catalyst formed includes ionic capacity, catalyst performance in the esterification reaction, and the determination of the bond characteristic functional groups using FTIR. The results of ion capacity analysis showed that the highest acidity value was found in the sulfated silica catalyst calcined at 600°C of 0.372 mmol/gram. Testing the performance of the catalyst in the esterification reaction with a ratio of 4:1 (methanol:oleic acid) obtained an ester conversion of 38.89% using a catalyst of 30% of the amount of oleic acid. Identification results using FTIR show that sulfate ions have chemically interacted with silica at around 1103.28 cm⁻¹

Keywords: rice husk ash, impregnation, calcination, acid catalyst, esterification

Abstrak. Katalis silika tersulfatasi merupakan katalis asam padat yang dalam aplikasinya digunakan untuk mempercepat reaksi esterifikasi. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi dan penambahan jumlah katalis terhadap efektivitas silika sebagai katalis dalam pembentukan metil oleat melalui reaksi esterifikasi. Sintesis katalis asam tersulfatasi dari abu sekam padi melewati beberapa tahapan antara lain preparasi bahan baku abu sekam padi, pembuatan silika menggunakan metode sol-gel, pembuatan katalis asam berbasis silika dan pengkarakterisasian katalis silika tersulfatasi. Pembuatan katalis asam menggunakan metode impregnasi dengan asam sulfat dan dikalsinasi pada variasi temperatur 500, 600, 700, dan 800°C. Karakterisasi katalis asam yang terbentuk meliputi kapasitas ion, performa katalis pada reaksi esterifikasi, dan penentuan gugus fungsi karakteristik ikatan menggunakan FTIR. Hasil analisis kapasitas ion menunjukkan nilai keasaman yang paling tinggi terdapat pada katalis silika tersulfatasi yang dikalsinasi pada temperatur 600°C sebesar 0,372 mmol/gram. Uji performa katalis pada reaksi esterifikasi dengan perbandingan 4:1 (metanol:asam oleat) didapatkan konversi ester sebesar 38,89% menggunakan katalis sebesar 30% dari jumlah asam oleat. Hasil identifikasi menggunakan FTIR menunjukkan bahwa ion sulfat telah berinteraksi secara kimia dengan silika pada sekitar bilangan gelombang 1103,28 cm⁻¹.

Kata kunci: abu sekam padi, impregnasi, kalsinasi, katalis asam, esterifikasi

Diterima: 7 Juli 2023, Disetujui: 6 Agustus 2023

Sitasi: Suryadi, J., Nabila, N., Bayhaqi, S.N., dan Andrijanto, E. (2023). Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Kapasitas Ion Katalis Asam Heterogen Berbasis Silika dan Aplikasinya pada Sintesis Metil Oleat. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 9(2): 122-131.

✉ Corresponding author

E-mail: nanda.nabila.anki20@polban.ac.id

<https://doi.org/10.22487/kovalen.2023.v9.i2.16457>



LATAR BELAKANG

Reaksi esterifikasi merupakan jenis reaksi yang dapat diaplikasikan untuk menghasilkan biodiesel dari bahan baku asam lemak dan metanol. Pada prakteknya, reaksi esterifikasi berjalan lambat dan perlu dikatalisis oleh suatu katalis asam (Suleman dkk., 2019).

Katalis asam untuk reaksi esterifikasi dapat berupa katalis dari asam mineral seperti HCl ataupun H₂SO₄ maupun katalis heterogen yang bersifat asam (Irshad & Rahul, 2017). Berdasarkan kemudahan dalam pemisahan dan dampak korosi terhadap lingkungan, maka penggunaan katalis homogen digantikan oleh katalis yang bersifat heterogen. Beberapa katalis heterogen yang digunakan untuk reaksi esterifikasi merupakan katalis asam yang berasal dari gugus sulfat (Hasan *et al.*, 2014). Gugus sulfat tersebut terikat secara kimia pada substrat padat yang menjadikan katalis tersebut bersifat heterogen (Julaika *et al.*, 2022).

Katalis heterogen asam tersulfatasi telah lazim digunakan pada beragam substrat yang berbasis silika (Irshad & Rahul, 2017). Pemilihan silika sebagai *support* dalam katalis heterogen reaksi esterifikasi menjadi perhatian dalam penelitian ini karena sumbernya yang melimpah dari bahan alam (Herlina *et al.*, 2019; Hidayati *et al.*, 2019; Silviana *et al.*, 2020). Salah satu sumber silika yang dapat ditemukan dari bahan alam adalah dari sekam padi (Abu *et al.*, 2016; Jamil *et al.*, 2019).

Sekam padi relatif mudah didapatkan di Indonesia. Disamping pemanfaatannya yang belum optimal karena merupakan limbah pertanian, kadar silika dalam sekam padi yang tinggi juga mendukung untuk bahan tersebut dijadikan sebagai sumber silika untuk diolah

lebih lanjut (Putro & Prasetyoko, 2007; Aprida *et al.*, 2018).

Penggunaan silika sebagai substrat katalis heterogen pada penelitian-penelitian sebelumnya diaplikasikan pada reaksi organik seperti hidrolisis trigliserida, sintesis butil asetat maupun penghilangan senyawa xilena (Ngaosuwan *et al.*, 2009; Said *et al.*, 2019; Zhao *et al.*, 2022).

Pada penelitian ini, silika diaplikasikan sebagai katalis untuk mengkonversi suatu asam karboksilat menjadi produk metil ester. Hal ini merupakan aspek kebaruan dari aplikasi katalis heterogen berbasis silika dari sekam padi sebagai bahan pendukung. Penelitian sejenis mengenai penggunaan katalis asam heterogen untuk reaksi esterifikasi dilakukan dengan menggunakan *support* dari zirkonia (Andrijanto & Rob, 2018).

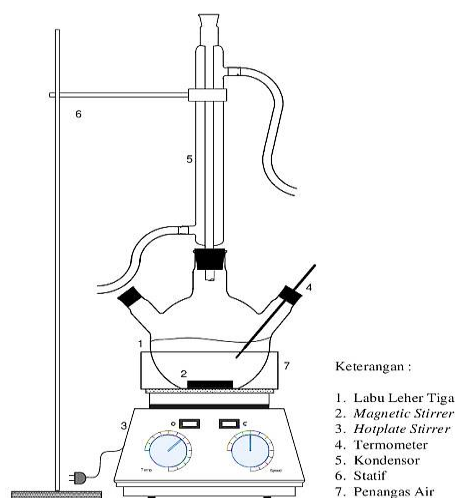
Penggunaan katalis asam silika berbasis sekam padi pada penelitian ini menitikberatkan pada kemampuannya ketika dilakukan kalsinasi yang menyebabkan terbentuknya senyawa oksida dari silika. Hal ini merupakan tindak lanjut dari beberapa penelitian sebelumnya yang memanfaatkan sekam padi dalam bentuk karbonnya sebagai katalis reaksi esterifikasi (Li *et al.*, 2013).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan katalis asam tersulfatasi dengan silika sebagai *support* yang digunakan untuk reaksi esterifikasi dalam pembuatan metil oleat. Pengaruh yang dibahas dalam penelitian ini adalah temperatur kalsinasi yang digunakan dalam pembuatan silika dan jumlah yang digunakan dalam sistem reaksi esterifikasi. Parameter kemampuan katalis yang diamati adalah kapasitas ion, konversi asam lemak, dan identifikasi gugus fungsi yang terdapat pada katalis berbasis silika.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan baku utama yang digunakan untuk membuat katalis silika adalah abu sekam padi lokal dari Majalaya. Kertas saring (Whatman No.41) digunakan untuk proses filtrasi. Larutan NaOH sebagai reagen basa untuk membentuk larutan sodium silikat. Larutan HCl digunakan untuk membentuk senyawa silika gel. Larutan H_2SO_4 merupakan asam yang digunakan sebagai pencuci abu sekam padi yang telah dihomogenisasi. Asam oksalat digunakan sebagai reagen penstandarisasi NaOH pada prosedur kapasitas ion, asam oleat dan methanol digunakan sebagai reaktan dalam esterifikasi. Semua reagen mempunyai tingkat kemurnian pro analis.



Gambar 1 Rangkaian satu set alat refluks

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain *Sieve Shaker Restch*, *furnace Carbolite Gero*, *oven Memmert*, neraca analitik *Ohaus*, *hot plate* beserta pengaduk magnetik, dan peralatan-peralatan gelas sebagai pendukung dalam preparasi serta pembuatan larutan sodium silikat.

Prosedur Penelitian

Preparasi abu sekam padi

Sekam padi dibakar di dalam tanur pada temperatur terkontrol $800^{\circ}C$ selama 3 jam. setelah itu abu disaring menggunakan saringan berpori berukuran 120 mesh. Abu yang lolos dari saringan dari ukuran tersebut dicuci menggunakan H_2SO_4 0,5 M dengan suhu $100^{\circ}C$ selama 105 menit. Abu yang didapatkan dibilas hingga pH netral dan dioven sampai kering. Hasil dari tahap ini adalah abu sekam padi yang telah kering dan homogen (Salman dkk., 2015; Andreas dkk., 2016).

Sintesis silika dan katalis

Abu sekam padi dikonversi menjadi silika gel menggunakan metode sol-gel. Abu sekam padi direfluks dengan NaOH 10% dengan perbandingan 1 : 20) (berat : volume) pada temperatur $80^{\circ}C$ selama 60 menit disertai dengan pengadukan. Larutan dipisahkan dari padatan dan direaksikan dengan HCl 1 M hingga mencapai pH netral. Padatan berupa gel yang terbentuk setelah 18 jam disaring dan dioven hingga kering pada temperatur $120^{\circ}C$.

Silika gel dibilas menggunakan akuades sebanyak 3 – 4 kali sebelum dikeringkan kembali pada temperatur $120^{\circ}C$. Produk yang didapatkan dalam prosedur ini adalah silika gel kering dan digunakan dalam prosedur sintesis katalis heterogen tersulfatasi (Dhaneswara et al., 2020).

Sintesis katalis heterogen tersulfatasi

Silika diimpregnasi menggunakan metanol, H_2SO_4 , dan akuades (Salman dkk., 2015) dengan perbandingan silika : metanol : akuades: H_2SO_4 adalah 1 gram : 7 mL : 3 mL : 17 mL. Campuran dipanaskan pada temperatur $65^{\circ}C$ selama 4 jam. Silika disaring untuk diambil padatannya dan dioven selama 10

menit pada temperatur 120°C. Selanjutnya silika dikalsinasi dalam tanur listrik dengan variasi temperatur 500, 600, 700, dan 800 °C selama 3 jam.

Penentuan kapasitas ion

Kapasitas ion ditentukan menggunakan metode titrasi asam basa (Aklilu, 2017). Sebanyak 1 gram silika direndam dalam gelas beker dengan NaCl 0,1 M selama 24 jam. Silika disaring untuk mendapatkan filtratnya. Filtrat dipipet sebanyak 10 mL ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan indikator fenolftalein. Titrasi dilakukan dengan menggunakan NaOH 0,01 M hingga mencapai titik akhir titrasi.

Penentuan kapasitas ion secara kuantitatif ditentukan melalui persamaan 1.

$$\text{Kapasitas ion} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times C_{\text{NaOH}}}{\text{gram Katalis}} \quad \dots(1)$$

Keterangan :

V NaOH = Volume NaOH

C NaOH = Konsentrasi NaOH

Uji performansi katalis heterogen pada reaksi esterifikasi

Metanol dan asam oleat (4:1 b/b) dipanaskan di dalam satu set alat refluks disertai dengan pengadukan menggunakan magnetic stirrer pada temperatur 60°C (Li et al., 2013). Katalis dengan nilai kapasitas ion terbesar dari variasi temperatur kalsinasi ditambahkan sebesar 5%, 15%, dan 30% dari massa asam oleat yang digunakan. Campuran tersebut direaksikan selama 50 menit dan setiap interval 10 menit dilakukan sampling sebanyak 1 gram. Larutan sampel ditambahkan 20 mL aseton dan beberapa tetes indikator PP. Titrasi dilakukan dengan menggunakan NaOH 0,1 N. Parameter performa katalis dalam reaksi esterifikasi diidentifikasi dari penurunan nilai asam lemak bebas/ *free fatty acid* (FFA) dan diolah sebagai nilai konversi sesuai dengan persamaan 2 dan 3.

$$\%FFA = \frac{\text{Volume NaOH} \times \text{Normalitas NaOH} \times 28,2}{\text{Berat sampel (gram)}} \quad \dots(2)$$

$$\%Konversi = \frac{C_{AO(0)} - C_{AO(t)}}{C_{AO(0)}} \times 100\% \quad \dots(3)$$

Keterangan:

C AO₍₀₎ : %FFA pada sampling waktu ke 0

C AO_(t) : %FFA pada sampling waktu ke (t)

Identifikasi gugus fungsi pada katalis heterogen

Identifikasi gugus fungsi penyusun dari katalis silika tersulfatasi dilakukan dengan metode FTIR. Silika yang diidentifikasi adalah silika sebelum impregnasi dan silika sesudah kalsinasi. Gugus fungsi spesifik yang menunjukkan katalis telah tersulfatasi diidentifikasi dari perbandingan antara spektra silika yang tidak mengalami impregnasi dengan asam dengan spektra pada silika yang telah diimpregnasi dengan H₂SO₄.

HASIL DAN PEMBAHASAN

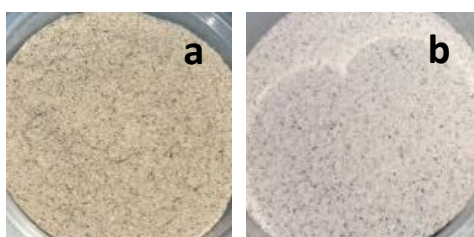
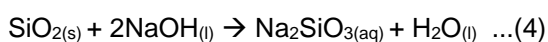
Sintesis Silika dan Katalis

Sekam padi dibakar dengan suhu terkontrol pada temperatur 800°C bertujuan untuk mendekomposisi senyawa-senyawa organik seperti protein, lemak, dan karbohidrat beserta senyawa-senyawa turunannya hingga berubah menjadi senyawa karbondioksida dan uap air. Silika dari proses dekomposisi tersebut diperoleh dalam bentuk padatan (Yusmaniar et al., 2017). Hasil proses dekomposisi sekam padi tersebut dapat diamati secara visual dari kenampakan warna yang ditunjukkan pada Gambar 2.

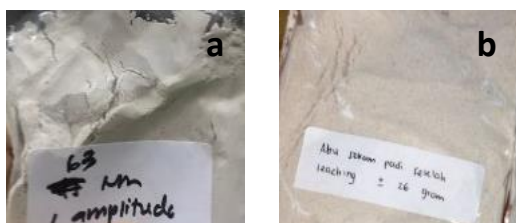
Homogenisasi ukuran pada abu sekam padi bertujuan untuk memisahkan partikel granula yang berukuran tidak seragam dengan pengayakan bertingkat. Tahap pencucian silika menggunakan H₂SO₄ dilakukan agar mendapatkan kemurnian silika yang tinggi dengan cara menghilangkan pengotor-

pengotor yang berupa senyawa-senyawa oksida dalam abu sekam padi (Abu et al., 2016; Boussaa et al., 2017; Mahmud et al., 2016; Salman dkk., 2015). Secara kualitatif abu sekam padi setelah pencucian memiliki warna yang lebih terang dibandingkan sebelum mengalami prosedur *leaching* seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 3.

Sintesis katalis silika tersulfatasi menggunakan metode sol-gel yang direaksikan dengan larutan NaOH bertujuan membentuk senyawa natrium silikat (Na_2SiO_3) dengan persamaan reaksi sebagai berikut:

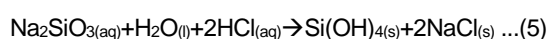


Gambar 2 Abu sekam dibakar secara terbuka (a) dan di dalam furnace (b)



Gambar 3 Abu sekam padi sebelum pencucian (a) dan setelah pencucian (b).

Penambahan HCl hingga larutan mencapai pH 7 bertujuan untuk mendapatkan senyawa $\text{Si}(\text{OH})_4$ yang di akhir reaksi akan terbentuk sebagai gel. Pembentukan gel menandakan bahwa telah terjadi reaksi yang membentuk ikatan siloksan Si-O-Si dari silikat. Persamaan reaksi dari pembentukan asam silikat dapat dilihat di bawah ini:



Prosedur impregnasi bertujuan untuk memodifikasi permukaan silika agar gugus silika dapat berikatan dengan gugus SO_3H^+ dari sulfat dan menciptakan suasana asam sehingga dapat berperan sebagai katalis heterogen. Impregnasi menggunakan asam menyebabkan luas permukaan substrat silika yang menjadi lebih besar dan kemungkinan terjadi reaksi antara gugus sulfat dengan substrat silika semakin tinggi (Hidayati et al., 2019). Luas permukaan yang membesar dari hasil impregnasi tersebut lebih lanjut akan mengubah morfologi dari silika dan menyebabkan gugus yang mengandung sulfur akan cenderung berikatan dengan silika (Zhao et al., 2022).

Tahapan kalsinasi pada suhu tinggi bertujuan untuk melihat fenomena bahwa gugus sulfat telah terikat dengan pada silika dan membentuk katalis menjadi senyawa oksida sehingga kelarutannya dalam senyawa polar akan menurun.

Analisis Kapasitas Ion Katalis Silika Tersulfatasi

Analisis kapasitas ion yang dilakukan bertujuan untuk mengetahui situs asam yang aktif yaitu gugus sulfat pada katalis. Gugus sulfat tersebut berpengaruh terhadap uji katalitik pada reaksi esterifikasi. Pengujian dilakukan dengan merendam katalis silika yang Berdasarkan hasil analisis nilai kapasitas ion paling besar adalah pada katalis silika sulfat setelah mengalami kalsinasi 600°C .

Kapasitas ion bervariasi yang bergantung dari temperatur kalsinasi (Tabel 1). Hal tersebut disebabkan karena situs asam pada katalis akan sangat aktif pada temperatur 600°C . Pada temperatur kalsinasi di atas 600°C sulfat akan terdekomposisi sedangkan di bawah 600°C

gugus sulfat tidak sepenuhnya maksimal terikat pada substrat silika (Andrijanto & Rob, 2018).

Tabel 1 Hasil kapasitas ion dari katalis silika pada berbagai nilai temperatur kalsinasi

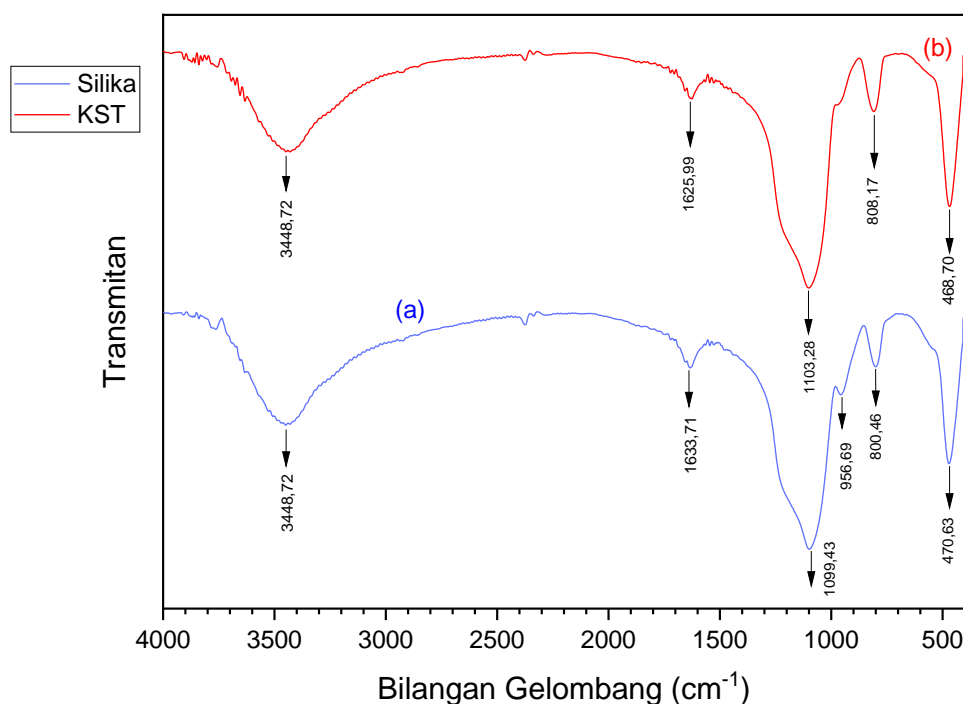
Temperatur Kalsinasi (°C)	Kapasitas Ion (mmol/gram)
500	0,0405
600	0,3723
700	0,1939
800	0,0323

Identifikasi Gugus Fungsi Katalis

Identifikasi gugus fungsi pada katalis dengan metode FTIR ditunjukkan pada

Gambar 4. Berdasarkan literatur, sidik jari dari gugus Si-O-Si dapat ditemukan pada bilangan gelombang 460 – 1089 cm^{-1} (Sapei dkk., 2015). Pada kedua spektrum FTIR menunjukkan kemiripan pada serapan bilangan gelombang 468,70 cm^{-1} dan 470,63 cm^{-1} yang terindikasi sebagai vibrasi tekuk dari gugus Si-O.

Serapan lain ditemukan pada spektrum (b) yang terdapat pada bilangan gelombang 808,17 cm^{-1} yang terindikasi sebagai gugus Si-O simetris dari siloksan. Serapan luas yang terbentuk seperti lembah pada bilangan gelombang 3448,72 cm^{-1} merupakan gugus -OH dari silanol (Si-OH) (Huljana & Rodiah, 2019).



Gambar 4 Spektrum IR silika gel (a) dan katalis silika tersulfatasi (b)

Ikatan gugus $\text{SO}_3^- \text{H}^+$ pada permukaan silika dapat dideteksi dengan munculnya puncak baru pada bilangan gelombang sekitar 995 – 1003 cm^{-1} (Sekewael et al., 2022). Berdasarkan hasil FTIR pada spektrum (b), katalis silika tersulfatasi terdeteksi pada

bilangan gelombang 1103,28 cm^{-1} yang terindikasi sebagai gugus S=O dari sulfat. Gugus S=O tertutupi atau tumpang tindih oleh vibrasi asimetri Si-O-Si sehingga spektrum katalis silika tersulfatasi tidak menunjukkan vibrasi yang sangat jelas.

Selain itu, fenomena ini didukung berdasarkan hasil beberapa penelitian yang menunjukkan bahwa gugus S=O dari sulfat tidak menunjukkan vibrasi yang cukup jelas saat dianalisis oleh FTIR karena gugus katalis silika tersulfatasi memiliki kemiripan dengan gugus pada silika gel (Farikhah *et al.*, 2021; Salman dkk., 2015).

Analisis Performansi Katalis dalam Reaksi Esterifikasi

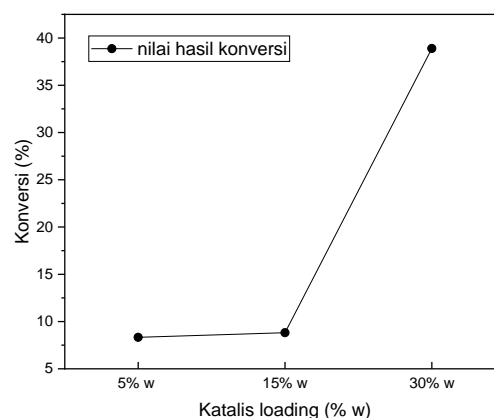
Reaksi esterifikasi antara asam oleat dan metanol akan menghasilkan metil oleat yang merupakan senyawa biodiesel. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi reversibel. Untuk menggeser kesetimbangan ke arah produk, salah satu cara untuk melakukannya adalah dengan menambahkan reaktan (Raymond, 2004).

Performa dari reaksi esterifikasi dianalisis dengan menggunakan katalis heterogen tersulfatasi yang memiliki nilai kapasitas ion tertinggi yaitu pada temperatur kalsinasi 600°C. Pengaruh dari penambahan jumlah katalis terhadap konversi asam lemak bebas dilihat sebagai nilai kemampuan katalis heterogen untuk mengkonversi asam lemak tersebut menjadi produk metil oleat.

Semakin besar massa katalis yang digunakan maka akan semakin besar nilai konversi yang didapatkan (Gambar 5). Namun penggunaan massa katalis yang cukup banyak menandakan katalis kurang ekonomis.

Penggunaan massa katalis sebesar dua kali lipat setelah 15% bertujuan untuk melihat apakah katalis silika tersulfatasi dapat menurunkan nilai *FFA* dengan cukup baik sehingga mendapatkan nilai konversi yang cukup besar. Implementasi penggunaan katalis heterogen hingga 30% disebabkan karena gugus aktif sulfat yang terikat pada substrat

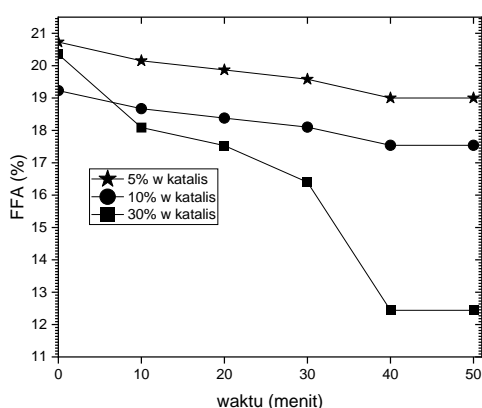
silika tidak sebanyak ketika katalis homogen misalnya H_2SO_4 ketika digunakan.



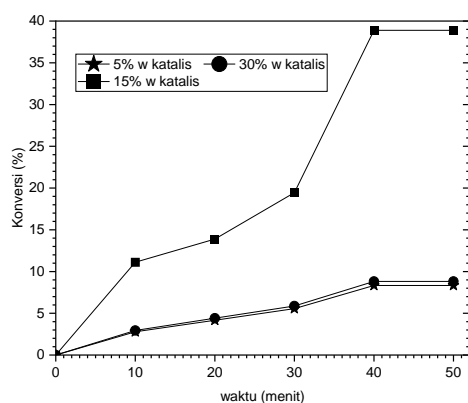
Gambar 5 Pengaruh penggunaan katalis *loading* terhadap nilai konversi

Pada katalis heterogen penggunaannya dapat dalam jumlah besar namun kemampuan untuk digunakan kembali dan dapat dipisahkan dengan mudah dari system reaksi merupakan kelebihan yang dimiliki oleh katalis heterogen dibandingkan katalis homogen (de Oliveira *et al.*, 2022). Pada beberapa aplikasi, katalis heterogen dapat digunakan pada kisaran hingga 45% tergantung dari jenis reaksinya (Buasri *et al.*, 2013; Lu *et al.*, 2022; Wan *et al.*, 2008).

Pengamatan lain yang dilakukan adalah fenomena penurunan nilai *FFA* dan kenaikan nilai konversi pada selang waktu 50 menit. Asam oleat bereaksi dengan metanol melalui bantuan katalis asam membentuk metil oleat sehingga konsentrasi asam oleat akan semakin berkurang dan menghasilkan metil oleat. Selain itu, penurunan kadar *FFA* ini juga terjadi karena adanya katalis yang akan mengurangi energi aktivasi reaksi sehingga kecepatan reaksi dapat meningkat. Semakin lama waktu reaksi, semakin banyak asam lemak bebas bereaksi dengan metanol membentuk metil ester.



Gambar 6 Pengaruh waktu terhadap penurunan nilai FFA



Gambar 7 Pengaruh waktu terhadap kenaikan nilai konversi

Dari hasil pengujian diperoleh kadar FFA yang menurun dengan seiring bertambahnya waktu esterifikasi (Gambar 6). Penurunan kadar FFA yang terbaik terjadi pada penambahan massa katalis sebesar 30%.

Semakin banyak katalis yang digunakan, maka asam oleat yang bereaksi dengan metanol akan lebih cepat membentuk metil oleat sehingga konsentrasi asam oleat akan semakin cepat berkurang dan menghasilkan ester.

Fenomena kenaikan nilai konversi metil oleat dapat dilihat pada Gambar 7, dimana reaksi esterifikasi berlangsung selama 40 menit dan saat memasuki 50 menit sudah menunjukkan gejala konstan. Hal tersebut

dikarenakan asam oleat telah membentuk ester dan telah mencapai kondisi kesetimbangan. Kenaikan nilai konversi merupakan kebalikan dari penurunan nilai FFA, jika nilai FFA semakin besar penurunannya maka kenaikan nilai konversi akan semakin besar.

Konversi asam oleat meningkat dengan signifikan pada penggunaan massa katalis sebesar 30% dengan temperatur 60°C saat reaksi esterifikasi berlangsung. Hasil esterifikasi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya efektivitas katalis terhadap metanol dengan asam oleat berdasarkan volume serta suhu yang digunakan.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis pada uji kapasitas ion didapatkan nilai yang paling tinggi pada katalis yang dikalsinasi dengan suhu 600°C sebesar 0,372 mmol/gram serta katalis silika tersulfatasi dapat menurunkan kadar FFA dengan pemakaian rasio katalis sebesar 30% yang menghasilkan nilai konversi sebesar 38,89%. Hal ini menunjukkan bahwa produk yang disintesis dapat berperan sebagai katalis asam.

Identifikasi gugus fungsi dari katalis asam menunjukkan bahwa serapan karakteristik dari sulfat tumpang tindih dengan gugus dari substrat silika interaksi sehingga menyebabkan terbentuk serapan pita yang lebar pada daerah bilangan gelombang 1103,28 cm^{-1} .

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (P3M) Politeknik Negeri Bandung yang telah memberikan dukungan serta fasilitas dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Abu, R., Yahya, R., and Neon, S. (2016). Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry*, 19, 189–195. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2016.03.092>
- Aklilu, A. (2017). Preparation of Solid Acid Catalyst From Rice Husk and Investigation of Its Catalytic Performance in Esterification. [Thesis]. Addis Ababa University, Ethiopia.
- Andreas, A., Kristianto, H., dan Kurniawan, D. F. (2016). Sintesis Nanosilika dari Sekam Padi Menggunakan Metode Sol Gel dengan Pelarut Etanol. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*, hlm. 1–7.
- Andrijanto, E., and Rob, B. (2018). The effect of calcination temperature of sulfated zirconia catalyst for simultaneous reactions in biodiesel production. *Research Journal of Chemistry and Environment*, 22(Special issue II), 157–162.
- Aprida, L. F., Dermawan, D., and Bayuaji, R. (2015). Identifikasi Potensi Pemanfaatan Limbah Karbit dan Abu Sekam Padi sebagai Bahan Alternatif Pengganti Semen. *Conference Proceeding on Waste Treatment Technology*, 4(2), 13–16.
- Boussaa, S. A., Kheloufi, A., Boutarek Zaourar, N., and Bouachma, S. (2017). Iron and aluminium removal from Algerian silica sand by acid leaching. *Acta Physica Polonica A*, 132(3), 1082–1086. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.132.1082>
- Buasri, A., Chaiyut, N., Loryuenyong, V., Wongweang, C., and Khamsrisuk, S. (2013). Application of eggshell wastes as a heterogeneous catalyst for biodiesel production. *Sustainable Energy*, 1(2), 7–13. <https://doi.org/10.12691/rse-1-2-1>
- de Oliveira, K. G., de Lima, R. R. S., de Longe, C., de C. Bicudo, T., Sales, R. V., and de Carvalho, L. S. (2022). Sodium and potassium silicate-based catalysts prepared using sand silica concerning biodiesel production from waste oil. *Arabian Journal of Chemistry*, 15(2), 103603. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2021.103603>
- Dhaneswara, D., Fatriansyah, J. F., Situmorang, F. W., and Nurul, A. (2020). Synthesis of Amorphous Silica from Rice Husk Ash: Comparing HCl and CH₃COOH Acidification Methods and Various Alkaline Concentrations. *International Journal of Technology*, 11(1), 200–208. <https://doi.org/10.14716/ijtech.v11i1.3335>
- Farikhah, G. P., Udaibah, W., and Mulyatun, M. (2021). Synthesis and characterization of SO₄²⁻/KCC-1 catalyst as an alternative candidate for simultaneous esterification and transesterification reactions. *Journal of Natural Sciences and Mathematics Research*, 7(1), 1–6. <https://doi.org/10.21580/jnsmr.2021.7.1.6797>
- Hasan, Z., Yoon, J. W., and Jung, S. H. (2014). Esterification and acetylation reactions over in situ synthesized mesoporous sulfonated silica. *Chemical Engineering Journal*. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2014.12.025>
- Herlina, I., Simanjuntak, W., Rilyanti, M., and Safitra, E. R. (2019). Physical characteristics and catalytic activity of sulfated sugarcane bagasse silica (SiO₂/SO₃-H⁺) for coconut oil transesterification. *Rasayan Journal of Chemistry*, 12(3), 1595–1600. <https://doi.org/10.31788/RJC.2019.1235170>
- Hidayati, N., Pujiati, T., Prihandini, E. B., and Purnama, H. (2019). Synthesis of Solid Acid Catalyst from Fly Ash for Eugenol Esterification. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis; 2019: BCREC.14(3)*. <https://doi.org/10.9767/bcrec.14.3.4254.683-688>
- Huljana, M., dan Rodiah, S. (2019). Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi dengan Metode Sol-gel. *Sains dan Teknologi Terapan*, 2, 1–8.
- Shagufta., Irshad, A., and Rahul, D. (2017). Sulfonic Acid-Functionalized Solid Acid Catalyst in Esterification and Transesterification Reactions. *Catalysis Surveys from Asia*, 21, 3–69. <https://doi.org/10.1007/s10563-017-9226-1>
- Julaika, S., Fadli, A. F., Widiyastuti, W., and Setyawan, H. (2022). Sulfonated Mesoporous Silica-Carbon Composite Derived from a Silicate-Polyethylene Glycol Gel and Its Application as Solid Acid Catalysts. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 17(1), 13–21. <https://doi.org/10.9767/bcrec.17.1.11795.13-21>
- Li, M., Chen, D., and Zhu, X. (2013). Preparation of solid acid catalyst from

- rice husk char and its catalytic performance in esterification. *Cuihua Xuebao/Chinese Journal of Catalysis*, 34(9), 1674–1682. [https://doi.org/10.1016/s1872-2067\(12\)60634-2](https://doi.org/10.1016/s1872-2067(12)60634-2)
- Lu, L. J., Wu, P. W., He, J., Hua, M. Q., Chao, Y. H., Yang, N., Chen, L. L., Jiang, W., Fan, L., Ji, H. B., and Zhu, W. S. (2022). N-hydroxyphthalimide anchored on hexagonal boron nitride as a metal-free heterogeneous catalyst for deep oxidative desulfurization. *Petroleum Science*, 19(3), 1382–1389. <https://doi.org/10.1016/j.petsci.2021.11.010>
- Mahmud, A., Ahmad, F., and Farezzuan, A. A. (2016). Acid Leaching as Efficient Chemical Treatment for Rice Husk in Production of Amorphous Silica Nanoparticles. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(22), 13384–13388.
- Ngaosuwan, K., Lotero, E., Suwannakarn, K., Goodwin, J. G., and Praserttham, P. (2009). Hydrolysis of triglycerides using solid acid catalysts. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 48(10), 4757–4767. <https://doi.org/10.1021/ie8013988>
- Putro, A.L., dan Prasetyoko, D. D. (2007). Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Templat Organik. *Akta Kimindo*, 3(1), 33–36.
- Raymond, C. (2004). *Kimia Dasar: Konsep-Konsep Inti* (Ketiga Jil). Erlangga, Jakarta.
- Said, A.-A., Abd El-Wahab, M., Goda, M., and El-Gamal, N. (2019). Green Synthesis of n-Butyl Acetate in the Liquid Phase Using Natural Silica as a Novel, Highly Efficient and Stable Catalyst. *Egyptian Sugar Journal*, 13(0), 85–103. <https://doi.org/10.21608/esugj.2019.219354>
- Salman, M. N., Krisdiyanto, D., Khamidinal, K., dan Arsanti, P. (2015). Preparasi Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitik pada Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan Anhidrida Asam Asetat. *Reaktor*, 15(4), 231–240. <https://doi.org/10.14710/reaktor.15.4.231-240>
- Sapei, L., Padmawijaya, Samuel., K., Sutejo, A., dan Theresia, L. (2015). Karakterisasi Silika Sekam Padi dengan Variasi Temperatur Leaching Menggunakan Asam Asetat. *Jurnal Teknik Kimia*, 9(2), 38–43.
- Sekewael, S. J., Pratika, R. A., Hauli, L., Amin, A. K., Utami, M., and Wijaya, K. (2022). Recent Progress on Sulfated Nanozirconia as a Solid Acid Catalyst in the Hydrocracking Reaction. *Catalysts*, 12(2), 1–24. <https://doi.org/10.3390/catal12020191>
- Silviana, S., Sanyoto, G. J., Darmawan, A., and Sutanto, H. (2020). Geothermal silica waste as sustainable amorphous silica source for the synthesis of silica xerogels. *Rasayan Journal of Chemistry*, 13(3), 1692–1700. <https://doi.org/10.31788/RJC.2020.1335701>
- Suleman, N., Abas, dan Papatungan, M. (2019). Esterifikasi dan Transesterifikasi Stearin Sawit untuk Pembuatan Biodiesel. *Jurnal Teknik*, 17(1), 66–77. <https://doi.org/10.37031/jt.v17i1.54>
- Wan, T., Yu, P., Gong, S., Li, Q., and Luo, Y. (2008). Application of KF/MgO as a heterogeneous catalyst in the production of biodiesel from rapeseed oil. *Korean J. Chem. Eng.*, 22(2), 1363–1366. <https://doi.org/10.1016/j.ccllet.2011.05.041>
- Yusmaniar, Purwanto, A., Putri, E. A., and Rosyidah, D. (2017). Adsorption of Pb(II) using silica gel composite from rice husk ash modified 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES)-activated carbon from coconut shell. *AIP Conference Proceedings*, 1823(li). <https://doi.org/10.1063/1.4978107>
- Jamil, N. H., Abdullah, S. A., and Zarib, N. S. M. (2019). Extraction Of Silica From Rice Husk ia Acid Leaching Treatment. In M. Imran Qureshi (Ed.), *Technology & Society: A multidisciplinary Pathway for Sustainable Development*, vol 62. *European Proceedings of Social and Behavioural Sciences* (pp. 175-183). Future Academy. <https://doi.org/10.15405/epsbs.2019.05.02.16>
- Zhao, D., Ma, M., Qian, J., Wang, Y., and Ma, Z. (2022). Influence of Impregnation Medium on the Adsorptive Performance of Silica Sulfuric Acid for the Removal of Gaseous o-Xylene: Comparison on Ethyl Acetate and Water. *Catalyst*, 12(737). <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/catal12070737>