

PENGARUH PENAMBAHAN AMMONIUM KARBONAT PADA PEMBUATAN KATALIS CaO SUPERBASA DARI CANGKANG TELUR AYAM

Syarifuddin Oko^{1*}, Irmawati Syahrir¹

¹Program Studi Teknik Kimia Politenik Negeri Samarinda
Jalan. Dr. Ciptomangunkusumo Kampus Gunung Lipan Samarinda 75131
*Email : syarif_oko96@yahoo.com

ABSTRAK

Cangkang telur ayam yang dihasilkan di kabupaten kutai kartanegara sebesar 191,472 kg pada tahun 2015. Cangkang telur ayam dapat digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan katalis CaO hal ini disebabkan cangkang telur ayam memiliki kandungan CaCO_3 yang tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi ammonium karbonat $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ terhadap kadar CaO dan kebasaaan katalis CaO dari limbah cangkang telur. Proses pembuatan katalis CaO superbasa diawali pembersihan cangkang telur, pengeringan dan pengecilan ukuran partikel sampai ukuran $-200+325$ mesh lalu dikalsinasi, hasil kalsinasi selanjutnya direndam dengan variasi konsentrasi amonium karbonat 0,12 g/ml, 0,23 g/ml, 0,35 g/ml, 0,46 g/ml, 0,57 g/ml dan, 0,69 g/ml selama 30 menit, kemudian dikeringkan dengan cara dioven lalu dikalsinasi pada temperatur 950°C . karakterisasi katalis meliputi uji kristalinitas dengan XRD, uji struktur dan morfologi dengan SEM-EDS dan uji kebasaaan. Hasil penelitian menunjukkan katalis CaO superbasa memiliki derajat kristalinitas sebesar 96,64%, kadar CaO sebesar 96,85%, kekuatan basa (H-) 9,3 dengan jumlah situs basa 7,866 mmol/g pada konsentrasi ammonium karbonat 0,57 g/ml.

Kata kunci : Cangkang telur ayam, CaO superbasa, katalis, kalsinasi

ABSTRACT

Chicken eggs produced in kutai kartanegara of 191,472 kg in 2015. Chicken egg shell can be used as a raw material in the manufacture of CaO catalyst this is due to eggshell eggs have a high CaCO_3 content. This study aims to determine the effect of ammonium carbonate $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ concentration on CaO levels and the basicity of CaO catalyst from eggshell waste. The process of preparing the catalyst of CaO superbasa begins the cleaning of the eggshell, drying and reducing the particle size to $-200 + 325$ mesh and then calcined, the result of calcination is then soaked with ammonium carbonate concentration variation of 0.12 g / ml, 0.23 g / ml, 0, 35 g / ml, 0.46 g / ml, 0.57 g / ml and 0.69 g / ml for 30 min, then dried by diesel and then calcined at 950°C . Characterization of the catalyst includes test crystallinity with XRD, structural and morphological tests with SEM-EDS and alkaline tests. The results showed that the catalyst of CaO superbasa had 96,64% crystallinity degree, CaO level 96,85%, base strength (H-) 9,3 with amount of base site 7,866 mmol / g at ammonium carbonate concentration 0,57 g / ml.

Keywords: eggshell, CaO superbasa, catalyst, calcination

PENDAHULUAN

Produksi telur ayam ras agar dapat memenuhi kebutuhan permintaan akan telur ayam ras semakin meningkat. Menurut Badan Pusat Statistik (BPS) Kabupaten Kutai Kartanegara (2016) produksi telur ayam ras Kabupaten Kutai Kartanegara pada tahun 2015 adalah 2393,4 kg. Jika berat cangkang telur berkisar 8 – 11 % dari berat total telur (Koswara, 2009), maka dalam setahun minimal akan ada cangkang telur sebesar 191,472 kg pada tahun 2015.

Dalam pemanfaatan cangkang telur, ada yang diolah sebagai karya seni, pakan ternak, dan pupuk, tetapi untuk pengolahannya masih kurang diberdayakan terutama pada daerah Kabupaten Kutai Kartanegara. Sebagian besar cangkang telur tidak diolah dan dibuang begitu saja dapat mencemari udara, air dan dapat menjadi sarang penyakit. Cangkang telur ayam memiliki komponen utama yaitu CaCO_3 (kalsium karbonat) sebanyak 94%, sedangkan kandungan lainnya berupa MgCO_3 (magnesium karbonat) sebanyak 1%, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (kalsium fosfat) sebanyak 1%, dan

bahan-bahan organik sebanyak 4% (Stadelman, 2000). CaCO_3 dapat diubah menjadi CaO melalui proses kalsinasi. Oleh karena itu dapat diharapkan bahwa kulit telur dapat digunakan sebagai sumber CaO yang mempunyai kemurnian tinggi sehingga mampu berperan sebagai katalis. Selain itu Kalsium oksida dapat digunakan untuk proses pembuatan semen, untuk menghilangkan sulfur dioksida dari knalpot aliran dalam satu proses yang disebut *desulfurisasi gas buang*.

Katalis CaO merupakan katalis heterogen dan bersifat basa. Katalis heterogen ini berfungsi sebagai katalis basa yang mampu berperan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak dan metanol menjadi biodiesel (Mahreni, 2011). Jika dibandingkan dengan katalis homogen, katalis heterogen mudah dipisahkan dari campuran reaksi dengan filtrasi serta dapat digunakan kembali (*recovery*) (Alonso dkk., 2008). Penelitian yang berkaitan dengan pembuatan katalis CaO telah dilakukan oleh Huaping dkk. (2006) menggunakan CaO komersial yang direndam di dalam larutan amonium karbonat disertai dengan kalsinasi dengan melakukan variasi suhu kalsinasi. Karakteristik terbaik diperoleh pada suhu kalsinasi 900°C , dengan kekuatan basa yang diperoleh adalah 26,5. Sedangkan pada penelitian Mahreni dan Sulistyawati (2011) pembuatan katalis CaO dilakukan dengan menggunakan bahan baku cangkang telur ayam melalui proses kalsinasi dengan memvariasi suhu kalsinasi. Karakteristik terbaik diperoleh pada suhu kalsinasi 900°C , dengan kekuatan basa yang diperoleh adalah 14.

Untuk dapat meningkatkan kekuatan basa dari katalis yang dibuat dari cangkang telur ayam tersebut dapat dilakukan proses perendaman dengan memvariasikan konsentrasi amonium karbonat disertai kalsinasi. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi amonium karbonat ($\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ terhadap kadar CaO dan kebasaaan katalis CaO dari limbah cangkang telur. Manfaat penelitian ini untuk mengatasi permasalahan limbah cangkang telur yang hanya dibuang dan tidak termanfaatkan secara maksimal agar menjadi bahan yang bermanfaat dan memiliki nilai ekonomis yang lebih tinggi.

Katalis merupakan substansi senyawa kimia yang dapat menaikkan laju reaksi dan terlibat di dalam reaksi kimia walaupun zat tersebut tidak ikut bereaksi secara permanen. Zat tersebut dapat diambil kembali pada akhir reaksi. Peningkatan laju reaksi ini diakibatkan oleh adanya reaksi baru yang diciptakan dengan energi aktivasi yang lebih rendah, sehingga katalis dapat berfungsi mengarahkan suatu reaksi kearah yang diinginkan. Katalis tersebut dapat mengarahkan produk yang diinginkan dengan selektivitas yang lebih tinggi. Sehingga hasil reaksi yang diperoleh memiliki selektivitas yang relatif tinggi (Istadi, 2011).

Dikatakan Katalis Heterogen, karena memiliki fasa yang berbeda antara reaktan dan produk. Dalam pengoperasian katalis, katalis heterogen cenderung lebih mudah untuk dipisahkan karena fasa yang digunakan berbeda dengan produk reaksinya. Katalis heterogen juga mudah dibuat dan mudah diletakkan pada reaktor karena fasa yang berbeda dengan pereaktannya (Istadi, 2011). Adanya beda fasa pada katalis dan pereaktan, maka mekanisme reaksi menjadi sangat kompleks. Katalis basa heterogen CaO dapat dibuat melalui proses kalsinasi CaCO_3 . Salah satu sumber CaCO_3 yang mudah diperoleh disekitar kita adalah kulit telur.

Proses kalsinasi kulit telur bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik, serta karbon dioksida yang terdapat di dalam kulit telur. Air dan senyawa organik umumnya dapat dihilangkan dari kulit telur pada temperatur di bawah 600°C sementara karbon dioksida baru dapat dilepaskan dari kulit telur pada temperatur sekitar $700 - 800^\circ\text{C}$. Oleh karena itu, untuk mendapatkan katalis CaO yang baik dari kulit telur, temperatur kalsinasi yang digunakan harus di atas 800°C (Wei, et al., 2009).

Kalsinasi dapat dilakukan di dalam sebuah *box furnace* yang dapat dikendalikan kenaikan suhunya. Furnace ini sebaiknya mempunyai kemampuan pemanasan hingga 1100°C . Proses kalsinasi dapat dilakukan tanpa atau dengan pengaliran udara (Istadi, 2011). Kebanyakan senyawa karbonat terdekomposisi pada temperatur rendah. Contoh, MgCO_3 terdekomposisi pada temperatur 417°C , MnCO_3 pada 377°C , dan FeCO_3 pada 400°C .

Tetapi untuk kalsium karbonat diperlukan suhu 900°C untuk terjadinya dekomposisi. Hal ini karena ikatan kimia pada air kristal cukup kuat. Pengeringan yang dilakukan dalam tahap kalsinasi ini bertujuan untuk melepaskan air yang terikat di dalam konsentrat dengan cara penguapan. Pelepasannya dilakukan dengan cara pemanasan sedikit di atas titik uap air, atau dengan mengatur tekanan uap air di dalam konsentrat harus lebih besar dari pada tekanan uap air di sekitarnya. Pada prakteknya, tekanan uap air di dalam konsentrat harus lebih besar dari tekanan atmosfer agar kecepatan penguapan dapat berlangsung lebih cepat (Lalu, 2010).

METODOLOGI

Bahan

Bahan yang digunakan untuk pembuatan katalis CaO superbasa adalah cangkang telur ayam, ammonium karbonat. Bahan yang digunakan untuk uji kebasaaan katalis CaO superbasa adalah indikator phenolftalein, 4-nitroaniline, diphenil amin, benzene, methanol, asam benzoat.

Pembuatan katalis CaO superbasa

Persiapan bahan baku

Menimbang cangkang telur sebanyak 1000 gram, mencuci dengan air sampai bersih dan mengeringkannya didalam oven pada suhu 110°C selama 24 jam. Selanjutnya menghancurkan kulit telur hingga menjadi bubuk dan mengayak dengan ayakan -200+325 mesh. Kemudian bubuk cangkang telur dikalsinasi pada suhu 950°C selama 2 jam. Hasil kalsinasi selanjutnya disimpan di dalam desikator untuk menjaga kondisi katalis tetap kering.

Prosedur utama

Sebanyak 3,5 gram CaO dari hasil kalsinasi pertama direndam disertai pengadukan dalam larutan ammonium karbonat dengan variasi konsentrasi (0,12 g/ml, 0,23 g/ml, 0,35 g/ml, 0,46 g/ml, 0,57 g/ml dan, 0,69 g/ml) sebanyak 50 mL. Selanjutnya pisahkan antara padatan dan larutan dengan menggunakan kertas saring wachman no. 42. Padatan yang tertahan lalu dikeringkan pada suhu 110°C selama 24 jam atau massanya telah mencapai konstan. Padatan yang telah kering kemudian dikalsinasi pada suhu 900°C selama 1,5 jam.

Katalis yang telah dihasilkan disimpan didalam desikator.

Karakterisasi Katalis CaO superbasa

Karakterisasi katalis CaO superbasa meliputi uji kristalinitas dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), Untuk mengetahui struktur dan morfologi permukaan katalis CaO menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) dan untuk mengetahui konsentrasi CaO dalam katalis menggunakan Electron Dispersive Spectroscopy (EDS), dimana uji kristalinitas, SEM dan EDS dilakukan dilaboratorium UPT Terpadu Universitas Diponegoro (UNDIP) Semarang. Sedangkan untuk uji kebasaaan katalis CaO (merujuk pada *ortega, M et.al, 2011*) dilakukan dengan metode titrasi Hammet, 01 g CaO dicampur dengan 2 mL larutan indikator (0,1 mg indikator dalam 1 mL metanol/benzene). Campuran ini dititisi dengan asam benzoat 0,01 M dalam methanol. indikator hammet antara lain phenolftalein, 4-nitroaniline, diphenilamin.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk mengetahui kandungan mineral yang terkandung dalam sampel cangkang telur ayam sebelum dan setelah kalsinasi pada tempratur 950°C telah dilakukan analisis kualitatif dengan menggunakan XRD dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$). Sudut difraksi ditentukan pada range antara 10° - 90° dengan *sampling pitch* $0,02^{\circ}$ dan kecepatan pengukuran 2° per menit. Generator dioperasikan pada 30 kV dan 30 mA. Pola difraksi terhadap sampel cangkang telur ayam ras dilihat pada Gambar 1 berikut :

Dari pola difraksi seperti gambar 1 tersebut teridentifikasi beberapa *peak* yang kemudian dianalisis dengan menggunakan standar dari *COD (Crystallography Open Database)*. Identifikasi dilakukan dengan membandingkan beberapa nilai *d-spacing* dari hasil pengukuran terhadap sampel dengan nilai *d-spacing* pada standar yang ada. Nilai *d-spacing* ini bersifat sangat karakteristik untuk setiap mineral dan kesesuaian nilai *d-spacing* hasil pengukuran dengan nilai *d-spacing* standar menunjukkan bahwa sampel yang diuji mempunyai struktur kristal yang sama dengan yang dinyatakan dalam standar tersebut (Dutrow, 2011).

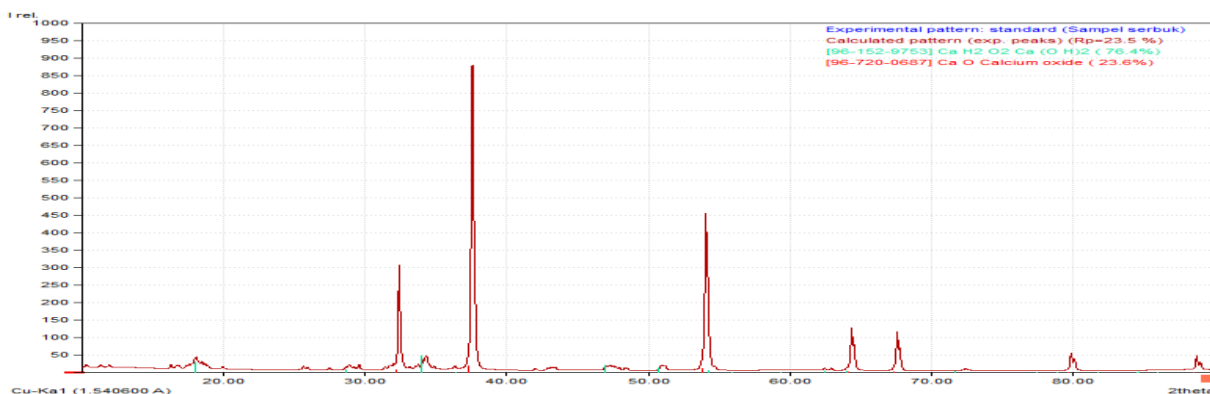
Beberapa nilai *d-spacing* hasil pengukuran terhadap sampel awal yang digunakan dalam penelitian ini dicantumkan dalam tabel 4.2. Karakteristik kristal cangkang telur ayam teridentifikasi terutama dari nilai tiga puncak tertinggi (*three strongest peak*) yaitu pada *d-spacing* 3,0153, 3,0086, dan 1,9032 Pada COD standar, tiga puncak tertinggi mempunyai nilai *d-spacing* 3,0323, 2,9995, dan 1,9063(Putz, 2016).

Tabel 1 Nilai *d-spacing* Sampel Cangkang Telur Ayam Pada Berbagai Sudut Difraksi

No	Sudut (θ)	<i>d-spacing</i> Sampel	Intensitas Relatif	<i>d-spacing</i> Standar	Hasil	
					Senyawa	No. Entry
1	29.60	3.0153	100.0	3.0323	CaCO ₃	96-702-0140
2	29.67	3.0086	881.2	2.9995	CCa _{0.936} Mg _{0.064} O ₃	96-900-1299
3	47.7	1.9032	155.0	1.9063	CCa _{0.936} Mg _{0.064} O ₃	96-900-1299

No	Sudut (θ)	<i>d-spacing</i> Sampel	Intensitas Relatif	<i>d-spacing</i> Standar	Hasil	
					Senyawa	No. Entry
4	48.73	1.8671	143.9	1.8734	CaCO ₃	96-702-0140
5	43.38	2.0841	129.9	2.0932	CaCO ₃	96-702-0140

Perbandingan lima nilai *d-spacing* sampel terhadap nilai *d-spacing* standar seperti Tabel 4.1 diatas memberikan hasil yang menunjukkan bahwa hampir semua *peak* yang muncul dari pengukuran sampel mempunyai jarak antar bidang (*d-spacing*) dari struktur CCa_{0.936}Mg_{0.064}O₃ dan CaCO₃. Hal ini menyatakan bahwa sampel cangkang telur ayam tersusun atas kristal-kristal *calcite* CCa_{0.936}Mg_{0.064}O₃ dengan nomor *entry* 96-900-1298 dan Kristal Kristal senyawa CaCO₃ dengan no *entry* 96-702-0140 (Putz, 2016).



Gambar 2 Pola Difraksi Sinar-X Hasil Kasinasi pada 950°C

Sedangkan pola difraksi terhadap hasil kalsinasi cangkang telur ayam pada suhu 950°C dilihat pada gambar 2. Beberapa nilai *d-spacing* hasil pengukuran terhadap hasil kalsinasi cangkang telur ayam yang digunakan dalam penelitian dicantumkan dalam tabel 2. Karakteristik kristal cangkang telur ayam teridentifikasi terutama dari nilai tiga puncak tertinggi (*three strongest peak*) yaitu pada *d-spacing* 2.3911, 1.6947, dan 2.7579. Pada COD standar, tiga puncak tertinggi mempunyai nilai *d-spacing* 2.4025, 1.6988, dan 2.7742 (Putz, 2016).

Tabel 2 Nilai *d-spacing* Hasil Kalsinasi pada 950°C dari Berbagai Sudut Difraksi

No	Sudut (θ)	<i>d-spacing</i> Sampel	Intensitas Relatif	<i>d-spacing</i> Standar	Hasil	
					Senyawa	No. Entry
1	37.59	2.3911	1000.0	2.4025	CaO	96-720-0687
2	54.07	1.6947	507.1	1.6988	CaO	96-720-0687
3	32.44	2.7579	364.1	2.7742	CaO	96-720-0687
4	17.99	4.9258	24.0	4.9280	Ca(OH) ₂	96-152-9753
5	28.68	3.1103	8.8	3.1139	Ca(OH) ₂	96-152-9753
6	34.12	2.6259	26.4	2.6324	Ca(OH) ₂	96-152-9753
7	36.34	2.4700	10.7	2.4640	Ca(OH) ₂	96-152-9753
8	64.36	1.4464	140.5	1.4488	CaO	96-720-0687
9	67.58	1.3851	128.0	1.3871	CaO	96-720-0687
10	79.85	1.2003	58.8	1.2012	CaO	96-720-0687

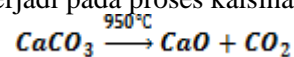
Perbandingan sepuluh nilai *d-spacing* sampel terhadap nilai *d-spacing* standar seperti Tabel 2 diatas memberikan hasil yang menunjukkan bahwa hampir semua *peak* yang muncul dari pengukuran sampel mempunyai jarak antar bidang (*d-spacing*) dari struktur CaO dan hanya sebagian terdiri dari struktur Ca(OH)₂. Hal ini menyatakan bahwa hasil kalsinasi pada 950°C paling terbesar tersusun atas kristal-kristal CaO dengan nomor entry 96-720-0687 (Putz, 2016).

Pada hasil analisis tersebut didapatkan senyawa yang lebih dominan yaitu senyawa CaO. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Wei *et al.* (2008) dikatakan bahwa pada kalsinasi cangkang telur ayam untuk mendapatkan senyawa CaO yang lebih dominan dapat dilakukan melalui kalsinasi pada suhu diatas 800°C selama 2 jam.

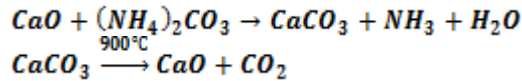
Dari analisis XRD terlihat bahwa terjadinya dekomposisi senyawa *calcite* Ca_{0.936}Mg_{0.064}O₃ menjadi senyawa CaO setelah dikalsinasi pada temperatur 950°C. Hal ini dikarenakan terlepasnya zat-zat volatil saat terjadinya proses kalsinasi seperti karbon dioksida (CO₂). Sehingga tersisa senyawa-senyawa yang tidak teruapkan seperti CaO.

Pengaruh Perendaman (NH₄)₂CO₃

Pembuatan katalis CaO dilakukan dengan cara kalsinasi cangkang telur ayam yang telah dicuci dan dikeringkan. Tujuan kalsinasi cangkang telur adalah untuk menghilangkan senyawa karbon dioksida (CO₂) melalui reaksi dekomposisi kalsium karbonat yang terkandung dalam cangkang telur sehingga diperoleh senyawa kalsium oksida. Pada penelitian ini, kalsinasi kulit telur dilakukan selama 2 jam pada temperatur 950°C. Reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi yaitu :

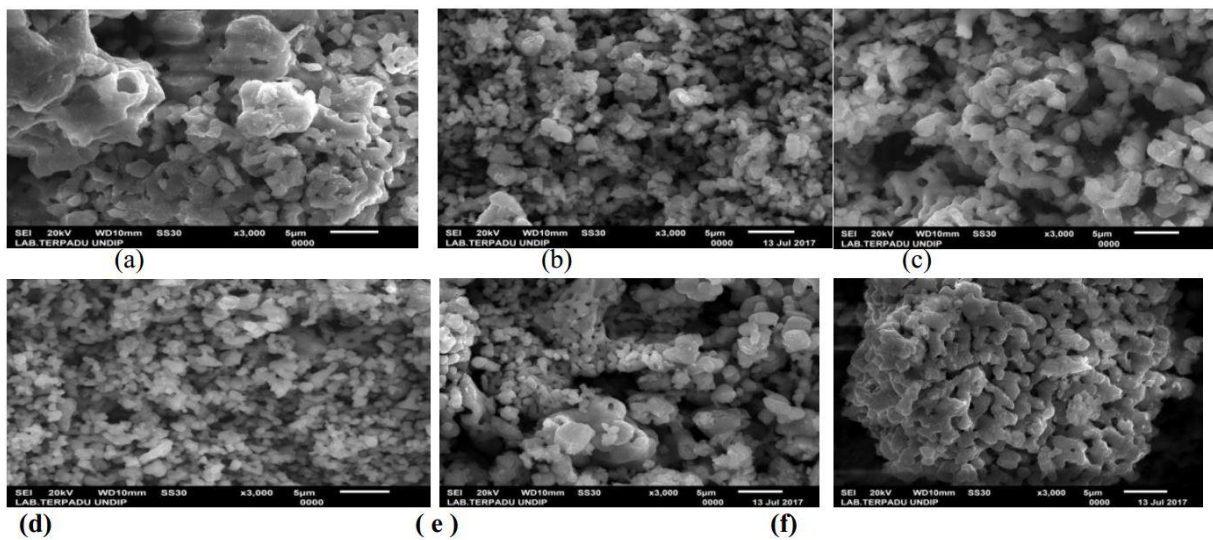


Dari senyawa kalsium oksida yang diperoleh selanjutnya dilakukan perendaman dengan menggunakan larutan amonium karbonat disertai kalsinasi selama 1,5 jam pada suhu 900°C. Tujuan dari tahapan ini dimaksudkan untuk mengendapkan logam kalsium dalam bentuk senyawa karbonat sehingga diharapkan didapat konsentrasi senyawa kalsium oksida yang lebih tinggi setelah dikalsinasi. Proses ini juga dimaksudkan untuk meningkatkan kekuatan basa dari katalis yang disintesis. Reaksi yang terjadi pada proses perendaman ini yaitu:



Pada proses perendaman divariasikan konsentrasi larutan amonium karbonat. Tujuan dari variasi konsentrasi adalah untuk meningkatkan kadar CaO dimana semakin tinggi konsentrasi $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ banyak pula senyawa CaO yang dapat terendapkan dalam bentuk senyawa karbonat. Sehingga semakin besar konsentrasi $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dalam proses perendaman semakin besar pula kadar CaO yang diperoleh. Dari rasio ini dianalisa

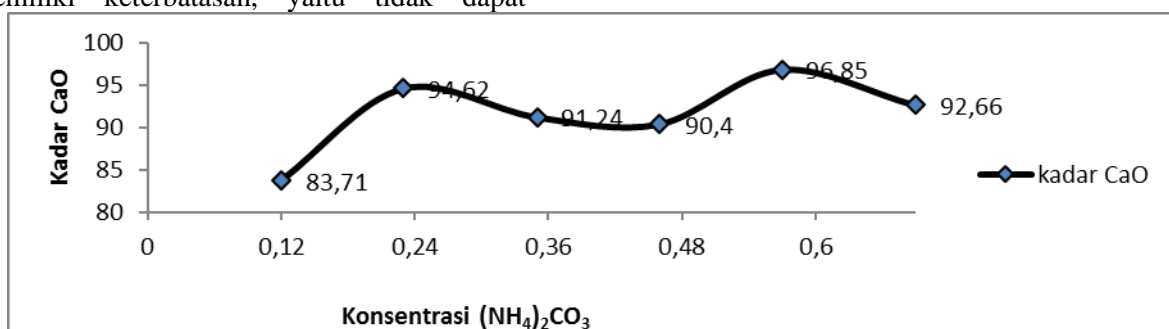
kandungan Senyawa CaO dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*). Uji SEM bertujuan untuk mengetahui struktur tiga dimensi dari katalis yang dihasilkan. Dari hasil analisa dapat dilihat pada gambar 3 bahwa katalis CaO yang terbentuk ukurannya mencapai skala mikrometer, mempunyai bentuk yang tidak seragam. Katalis hasil percobaan tidak menyerupai batang(rod).



Gambar 3. Hasil Uji SEM pada variasi konsentrasi ammonium karbonat (a). 0,12 g/ml, (b).0,23 g/ml, (c).0,35 g/ml, (d). 0,46 g/ml, (e). 0,57 g/ml dan,(f). 0,69 g/ml

Uji EDS bertujuan untuk mengetahui konsentrasi CaO yang terdapat dalam katalis yang dihasilkan dari kalsinasi kulit telur. Uji EDS merupakan salah satu metode yang paling baik untuk menganalisis senyawa-senyawa golongan logam, alloy, dan keramik. Uji EDS memiliki keterbatasan, yaitu tidak dapat

mendeteksi unsur yang ringan seperti hidrogen, helium, dan litium. Dari hasil uji EDS menunjukkan bahwa katalis yang dihasilkan dari kalsinasi kulit telur yaitu :

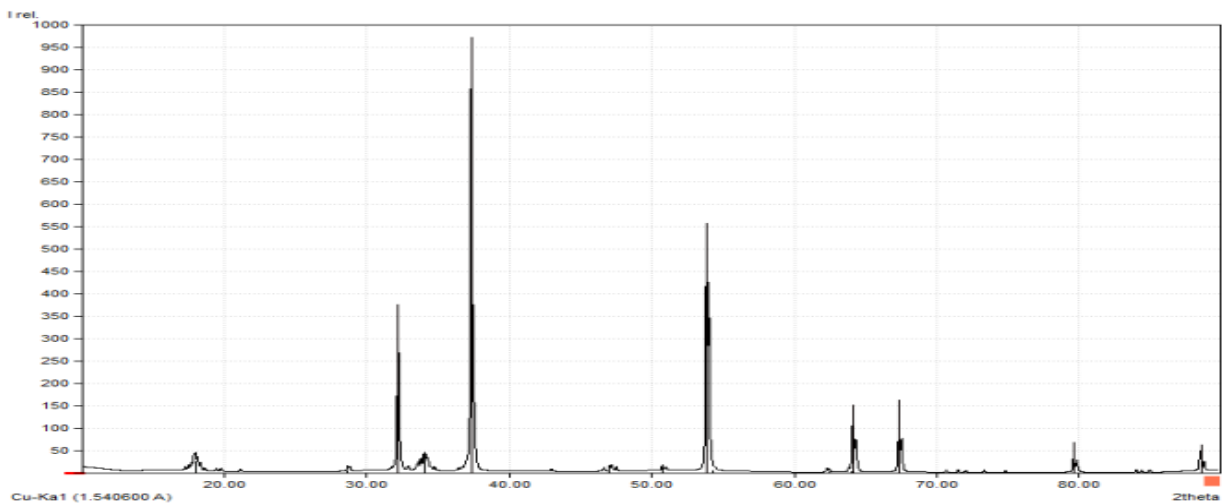


Gambar 4. Kadar CaO pada Variasi Konsentrasi $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

Dari **gambar 4** dapat dilihat bahwa kulit telur yang telah dikalsinasi mengandung senyawa CaO lebih dari 80% berat. Artinya proses kalsinasi telah berjalan dengan baik yaitu membentuk CaO yang banyak. Selain CaO juga terdapat komponen lain yang teridentifikasi dari hasil kalsinasi seperti C, MgO, CuO, ZnO dan P₂O₅ hal ini di karenakan cangkang telur memiliki kandungan lainnya berupa MgCO₃ (magnesium karbonat) sebanyak 1%, Ca₃(PO₄)₂ (kalsium fosfat)

sebanyak 1%, dan bahan-bahan organik sebanyak 4% (Stadelman, 2000).

Pada penelitian ini juga dilakukan Uji X-Ray Diffraction (XRD). Uji XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa apa saja yang terkandung dalam katalis serta kristalinitas dari katalis. Pada Uji X-Ray Diffraction (XRD) diketahui pada katalis CaO superbasa memiliki kandungan lain seperti yang terlihat pada Tabel 4.3 Nilai *d-spacing* Sampel Difraksi Sinar-X Hasil Perendaman Terbaik



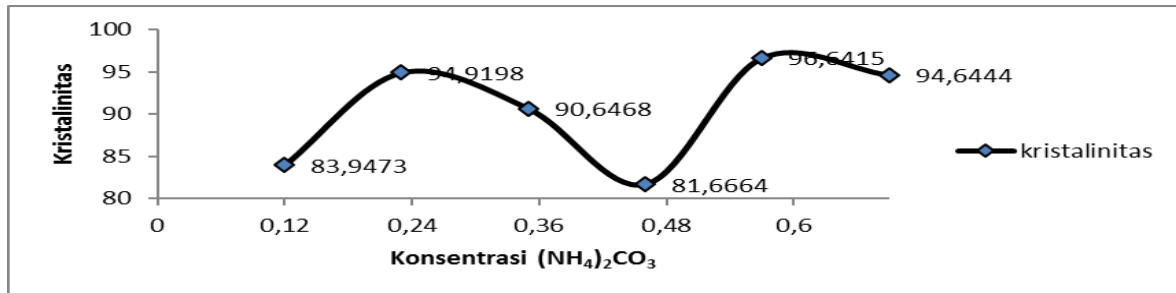
Gambar 5. Pola Difraksi Sinar-X Hasil Perendaman Terbaik

Tabel 3. Nilai *d-spacing* Sampel Difraksi Sinar-X Hasil Perendaman Terbaik

No	Sudut (θ)	<i>d-spacing</i> Sampel	Intensitas Relatif	<i>d-spacing</i> Standar	Hasil	
					Senyawa	No. Entry
1	37.343	2.4061	1000.0	2.4054	CaO	96-720-0687
2	53.834	1.7016	512.4	1.7008	CaO	96-720-0687
3	32.193	2.7783	399.5	2.7775	CaO	96-720-0687
4	54.010	1.6964	211.5	1.6949	CuO	96-153-9825
5	64.120	1.4512	141.8	1.4565	Ca(OH) ₂	96-702-0140
6	74.815	1.2680	53	1.2697	MgO	96-101-1118

Perbandingan nilai *d-spacing* sampel terhadap nilai *d-spacing* standar menunjukkan bahwa hampir semua *peak* yang muncul dari pengukuran sampel mempunyai jarak antar bidang (*d-spacing*) dari struktur CaO, CuO, Ca(OH)₂ dan MgO. Hal ini menyatakan bahwa hasil perendaman dengan konsentrasi

(NH₄)₂CO₃ 0,57 gr/ml dan disertai kalsinasi pada 900°C selama 1,5 jam tersusun atas kristal-kristal CaO, CuO, Ca(OH)₂ dan MgO, dengan nomor *entry* 96-720-0687 , 96-153-9825, 96-702-0140 dan 96-101-1118 (Putz, 2016).



Gambar 6. Derajat Kristalinitas CaO Superbasa

Kemudian dari **gambar 6**, menunjukkan hasil uji XRD terhadap katalis dengan variasi perendaman bahwa Kristalinitas yang terdapat pada katalis tidak stabil hal ini dikarenakan katalis CaO dapat bereaksi dengan uap air di udara membentuk $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang dapat mengurangi kristalinitas katalis. Oleh karena itu, penyimpanan katalis CaO hasil kalsinasi harus di tempat yang tertutup rapat atau disimpan di dalam deksikator.

Pada analisis secara kualitatif kebasan menggunakan 3 indikator yaitu *Phenolphthalein*, *4-nitroaniline* dan *diphenylamine*. Dimana pada *phenolphthalein* memiliki range (H_ 9,3) dengan perubahan warna dari merah muda menjadi tak berwarna, *4-nitroaniline* (H_18,4) dengan perubahan warna dari kuning menjadi orange dan *diphenylamine* (H_22,3) dengan perubahan warna dari merah muda menjadi tak berwarna. Namun dari analisa yang dilakukan yang memiliki perubahan warna adalah pada saat menggunakan indikator *Phenolphthalein*. Hal ini menunjukkan bahwa katalis hanya memiliki kekuatan basa 9,3.

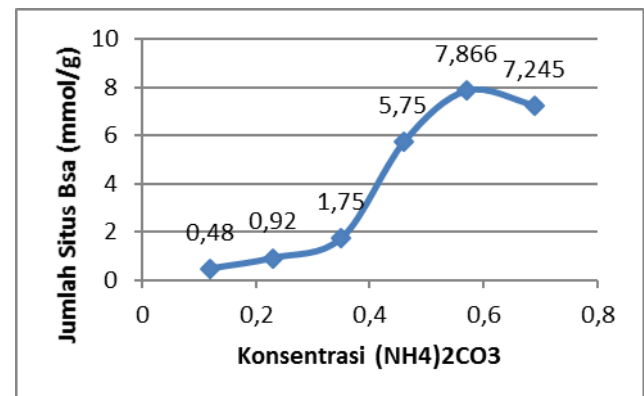
Tabel 4. Hasil Uji Kekuatan Basa

Hasil uji kekuatan basa yang diperoleh berbeda jauh dengan hasil yang terdapat pada literatur. Dengan bahan baku CaO komersial, Huaping dkk. (2006) berhasil memperoleh katalis super basa CaO dengan kekuatan basa mencapai 26,5. Perbedaan tersebut dapat disebabkan karena adanya senyawa lain pada permukaan padatan CaO super basa seperti pada hasil uji EDS dan XRD yang telah dilakukan. Urutan kekuatan basa tertinggi adalah CaO, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, kemudian yang terendah adalah CaCO_3 (Kouzu. 2008).

Sedangkan secara kuantitatif jumlah situs basa ditentukan melalui titrasi menggunakan

asam benzoat dan indikator phenolphthalein, hasil yang didapatkan jumlah situs basa pada katalis CaO superbasa dengan perendaman 0,57 g/ml ammonium karbonat sebesar 7,866 mmol/g. Hal ini disebabkan karena kadar CaO nya (96,85% berat) lebih tinggi dibandingkan dengan kadar CaO pada perendaman ammonium karbonat yang lain berdasarkan hasil uji EDS pada gambar 4.

Jumlah situs basa pada katalis CaO superbasa ditunjukkan pada gambar 7.



Indikator	H.	Warna Sebelum reaksi	Warna Setelah Reaksi
Phenolphthalein	9,3	Merah muda	Tak berwarna
4-nitroaniline	-	Kuning	Kuning
Diphenylamine	-	Tidak berwarna	Tak berwarna

Gambar 7. Jumlah Situs Basa Katalis CaO Superbasa

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Semakin besar konsentrasi larutan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ semakin besar pula kadar CaO yang diperoleh.
2. Hasil perendaman dengan kadar CaO tertinggi diperoleh pada konsentrasi $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 0,57 g/mL dengan kadar CaO 96,85%.
3. Hasil perendaman dengan kadar CaO tertinggi sebagian besar terdiri dari senyawa CaO dengan kristalinitas sebesar 96,64%.
4. Hasil uji kekuatan basa yang diperoleh berbeda jauh dengan hasil yang terdapat pada literatur. Hasil uji kekuatan basa pada penelitian ini memiliki range 9,3 dengan jumlah situs basa 7,866 mmol/g.

DAFTAR PUSTAKA

- Alonso, D.M, R. Mariscal, M. Lo' pez G, dan P. Maireles T. (2008). *Biodiesel Preparation Using Li/CaO Catalysts: Activation Process and Homogeneous Contribution*. *Catalysis Today*, Vol. 30, hal. 1-5.
- Badan Pusat Statistik Kabupaten Kutai Kartanegara (Agustus 2016). *Kutai Kartanegara Dalam Angka 2015*. 20 Desember 2016. <https://kaltim.bps.go.id/index.php/linkTabelStatis/78>
- Stadelman, E.J. (2000). *Eggs and Egg Products*. Francis, F.J (Ed): *Encyclopedia of Food Science and Technology*, second ed, John Wile, New York, pp. 593 – 599. December 3, 2016. <https://books.google.co.id/books?isbn=1560228547>
- Huaping, Z., Zongbin, W., Yuanxiong, C., Ping, Z., Shijie, D., Xiaohua, L., & Zongqiang, M. (2006). *Preparation of Biodiesel Catalyzed by Solid Super Base of Calcium Oxide and Its Refining Proses*. *Chinese Journal of Catalysis*, 2006, 27(5):391-396.
- Istadi. (2011). *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi: Fundamental dan Aplikasi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Kouzu, M.; Kasuno, T.; Tajika M.; Sugimoto Y.; Yamanaka S.; Hidaka J., *Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production*, *Fuel*, 2008,
- Mahreni dan Sulistyawati. 2011. *Pemanfaatan Kulit Telur Sebagai Katalis Biodiesel Dari Minyak Sawit dan Metanol*. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*.
- Nurhasanah. (2014). *Pembuatan Katalis Basa Heterogen Dari Kulit Telur Ayam Dengan Metode Impregnasi Menggunakan KI*. Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda.
- Ortega, M., Hurtado, A., Duarte, S., *Triglyceride transesterification in heterogeneous reaction system with calcium oxide as catalyst*. *Fac. Ing. Univ. Antioquia* No. 57 pp. 7-13. Enero, 2011
- Putz, H. (2016). *MATCH! Phase Identification from Powder Diffraction* (Version 3.2.1 Build 70). Bonn, Germany. Crystal Impact. <http://www.crystalimpact.com>
- Wei, Z. Xu, C., & Li, B. (2009). *Application of Waste Eggshell as Low-Cost Solid Catalyst for Biodiesel Production*. *Bioresorce Technology*, 100(11), 2883-2885.
- Lalu, J. (2010). *Artikel Bahan Galian Industri: Dolomit*. Makalah Ilmiah, Program Studi Kimia Fakultas MIPA Universitas Mataram, Mataram, 7-1