

**Sintesis dan Karakterisasi Komposisi Unsur, Oksida dan Stabilitas Termal Katalis Berbasis CaO, MgO dan SiO<sub>2</sub>**

**Kasimir Sarifudin<sup>1</sup>, Sri Adeningsi Petroni Henukh<sup>2</sup>**

*Program Studi Pendidikan Kimia, Universitas Nusa Cendana, Indonesia<sup>1,2</sup>*

\*email: kasimir\_sarifudin@staf.undana.ac.id

**Abstrak**

Telah dilakukan penelitian tentang karakterisasi komposisi unsur, oksida dan stabilitas termal katalis CaO/SiO<sub>2</sub>, MgO/SiO<sub>2</sub> dan CaO-MgO/SiO<sub>2</sub>. Silika diperoleh dari zeolit alam melalui proses sintesis menggunakan metode sol-gel, dengan NaOH sebagai pengekstrak silika dari dalam kerangka zeolit dan HCl sebagai agen pengendap silika. CaO disintesis dari endapan air sadah menggunakan metode sol-gel, melibatkan HCl pada tahap hidrolisis dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada tahap kondensasi CaCO<sub>3</sub>, diikuti pengeringan dan kalsinasi. MgO diperoleh melalui proses dekomposisi termal prekursor MgCO<sub>3</sub>. Pendispersian CaO dan MgO ke permukaan penyangga SiO<sub>2</sub> menggunakan metode impregnasi basah. Karakterisasi komposisi unsur dan oksida pada masing-masing bahan menggunakan instrumen XRF. Stabilitas termal masing-masing katalis diuji menggunakan TGA. Hasil karakterisasi komposisi unsur dan oksida menunjukkan bahwa kandungan unsur dan oksida utama lebih dari 90% pada setiap bahan, dan pengotor <1%. Hasil uji stabilitas termal pada rentang suhu 30-800 °C, dengan laju pemanasan 10 °C/menit menunjukkan bahwa SiO<sub>2</sub> mengalami penurunan persen bobot sebesar 4%, sedangkan MgO/SiO<sub>2</sub>, CaO, CaO-MgO/SiO<sub>2</sub> dan CaO/SiO<sub>2</sub> masing-masing berturut-turut 12,5 ; 18,14 ; 25,27 dan 27,82%. Secara keseluruhan urutan stabilitas termal berdasarkan kehilangan massa masing-masing bahan dari yang paling stabil hingga kurang stabil adalah SiO<sub>2</sub>> MgO/SiO<sub>2</sub> > CaO > CaO-MgO/SiO<sub>2</sub> > CaO/SiO<sub>2</sub>.

Kata Kunci : Katalis, MgO/SiO<sub>2</sub>, CaO/SiO<sub>2</sub>, CaO-MgO/SiO<sub>2</sub>, stabilitas termal.

**PENDAHULUAN**

CaO dan MgO adalah katalis basa heterogen yang sangat baik untuk transesterifikasi (produksi biodiesel) karena alkalinitasnya yang tinggi, biaya rendah, mudah dipisahkan, dan berpotensi digunakan kembali. Katalis CaO/MgO campuran sering menunjukkan peningkatan kinerja dengan meningkatkan luas permukaan dan situs basa, meskipun perlu diaktivasi (kalsinasi) dan dilindungi dari kontaminan udara (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O) untuk hasil yang optimal (Oueda *et al.*, 2017)

Katalis CaO dapat diperoleh melalui proses dekomposisi CaCO<sub>3</sub> (Widiarti dan Rahayu, 2017), dekomposisi bahan yang mengandung komponen utama CaCO<sub>3</sub> seperti cangkang telur (Mmusi, *et al.*, 2021). Selain itu CaO dapat disintesis menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel mencakup

pembentukan koloid (sol), kemudian jaringan tiga dimensi (gel) yang dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan CaO. Pendekatan ini memungkinkan pembentukan nanopartikel dengan bentuk dan ukuran yang lebih terkontrol pada suhu yang relatif lebih rendah dibandingkan kalsinasi langsung (Khine *et al.*, 2020). Penelitian oleh Habte *et al.* (2019) menunjukkan sintesis nanopartikel CaO dari cangkang telur melalui metode sol-gel menghasilkan partikel dengan ukuran sekitar 50–198 nm setelah kalsinasi pada 900 °C. Metode yang paling umum untuk produksi MgO adalah kalsinasi (pemanasan pada suhu tinggi) magnesium karbonat alami (magnesit) atau magnesium hidroksida (Nobre *et al.*, 2020). Katalis MgO bersifat basa lemah, tetapi memiliki stabilitas dan ketahanan terhadap pelarut yang baik sehingga dapat dimanfaatkan sebagai suatu

katalis. Meskipun demikian, penggunaan katalis heterogen masih memiliki keterbatas seperti mudah bereaksi dengan udara dan memiliki luas permukaan spesifik yang relatif rendah sehingga dapat menurunkan aktivitas katalitik, sehingga dilakukan modifikasi katalis menggunakan penyangga yang berperan dalam meningkatkan luas permukaan dan stabilitas termal katalis (Lubis, 2009).

Penyangga merupakan suatu zat padat berpori yang mengikat struktur aktif dan reaktan sehingga katalis dapat berinteraksi secara efektif. Penyangga yang digunakan berupa silika ( $\text{SiO}_2$ ) karena bersifat amorf, berpori dan memiliki luas permukaan yang besar sehingga dapat berperan sebagai adsorben yang mampu meningkatkan efisiensi reaksi katalitik (Widayat *et al.*, 2024). Modifikasi katalis heterogen, seperti  $\text{CaO}$  dan  $\text{MgO}$  dengan penyiapan  $\text{SiO}_2$  melalui teknik impregnasi untuk meningkatkan luas permukaan dan karakteristik katalis (Widayat *et al.*, 2023).

Karakterisasi komposisi unsur dan oksida suatu katalis heterogen sangat penting dalam penelitian dan aplikasi katalisis karena komposisi tersebut menentukan banyak aspek kinerja katalis. Komposisi unsur dan oksida menunjukkan apa saja elemen dan fase oksida yang hadir dalam katalis. Komposisi menentukan jenis situs aktif, misalnya oksida logam transisi yang mampu mentransfer elektron atau terlibat dalam reaksi redoks (Gallego-Villada *et al.*, 2025). Analisis komposisi unsur, oksida pada umumnya menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan analisis stabilitas termal menggunakan *Thermo Gravimetry Analyser* (TGA) (Changmai *et al.*, 2020). Stabilitas termal pada katalis memiliki peranan penting untuk mengetahui ketahanan katalis pada kondisi operasi suhu tinggi tanpa mengalami degradasi. Penelitian ini bermaksud untuk mengkaji karakteristik komposisi unsur, oksida dan stabilitas termal katalis  $\text{CaO}/\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$ , dan  $\text{CaO}-\text{MgO}/\text{SiO}_2$ . Salah satu manfaat dari penelitian untuk dapat mengetahui penanganan bahan katalis setelah proses preparasi agar meminimalisir terjadinya proses karbonasi dan hidrosilasi pada bahan.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Bahan : Zeolit alam Ende-Flores (ZAEF) NTT, kapur endapan air sadah Kupang NTT,  $\text{MgCO}_3$ ,  $\text{HCl}$  37% (merck),  $\text{NaOH}$  pellet,  $\text{AgNO}_3$  (merck),  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (merck) dan aquades. Alat : Peralatan gelas, termometer, toples, pengayak 140-200 mesh, neraca analitik, lumpang porselin dan pengerus, oven, lumpang besi dengan pengerus, oven (*fisher*

*scientific*), pengaduk magnet (*stirrer*), desikator, neraca Ohaus, reaktor kalsinasi, kertas saring *whatman* No. 42, seperangkat alat XRF dan instrumen TGA.

### Prosedur Penelitian

#### Sintesis Katalis $\text{CaO}$

Sintesis katalis  $\text{CaO}$  dari kapur endapan air sadah asal Kupang NTT dibersihkan dengan cara direfluks pada suhu 100 °C, kemudian dicuci dengan air bebas ion berulang kali, dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C. Kapur kering diayak hingga lolos ayakan 140-200 mesh. Kapur ukuran 140-200 mesh ditimbang sebanyak 100 gram dan direfluks dengan 500 mL larutan  $\text{HCl}$  3 M pada suhu ruang sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam. Larutan yang telah terbentuk disaring, filtrat yang diperoleh dititrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1,2 M hingga pH 7. Endapan yang diperoleh didiamkan selama 24 jam kemudian disaring. Residu padatan dicuci dengan aquades berulang kali hingga bebas ion  $\text{Cl}^-$ . Selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 6 jam. Padatan  $\text{CaCO}_3$  yang telah kering kemudian dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam. Padatan hasil kalsinasi ditimbang dan dimasukkan dalam wadah toples tertutup.

#### Sintesis Silika ( $\text{SiO}_2$ )

ZAEF disortir, dipilih yang berwarna hijau cerah, dibersihkan kemudian digerus sampai halus dan diayak hingga lolos ayakan 140-200 mesh, lalu ditimbang sebanyak 500 gram. Setelah itu, direfluks selama ± 3 jam pada suhu 100 °C. Suspensi didiamkan selama ±24 jam hingga dingin, kemudian disaring dan dicuci berulang kali dan dikeringkan pada suhu 120 °C selama 6 jam. Sebanyak 250 gram ZAEF bersih direfluks dengan 750 mL larutan  $\text{NaOH}$  8 M selama 24 jam. Kemudian disaring, filtrat yang diperoleh dititrasi dengan  $\text{HCl}$  2 M sampai pH 7. Suspensi hasil titrasi disaring menggunakan kertas saring *whatman* No. 42. Endapan yang diperoleh dicuci berulang kali menggunakan air bebas ion hingga bebas ion  $\text{Cl}^-$  yang terdeteksi oleh larutan  $\text{AgNO}_3$ . Endapan silika yang telah bebas ion  $\text{Cl}^-$  dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 6 jam dan dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam, lalu ditimbang. Silika hasil kalsinasi disimpan dalam wadah toples tertutup dan siap digunakan.

#### Sintesis Katalis $\text{MgO}$

Sebanyak 200 gram  $\text{MgCO}_3$ , kemudian dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 6 jam. Produk kalsinasi ditimbang dan dimasukkan dalam wadah tertutup dan siap digunakan.

#### Sintesis Katalis $\text{CaO}/\text{SiO}_2$

Sebanyak 21,25 gram CaO hasil proses sebelumnya dimasukkan ke dalam gelas beaker 1000 mL yang telah terisi 250 mL air bebas ion, kemudian ditambahkan 3,75 gram SiO<sub>2</sub>. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada 400 rpm selama 4 jam, kemudian diletakkan dalam *ultrasonic cleaner* selama 3 jam sambil sesekali diaduk (setiap 10 menit). Larutan tersebut didiamkan selama 24 jam. Suspensi tersebut diletakkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam, hingga kering. Serbuk yang diperoleh digerus dan dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 6 jam. Katalis tersebut terdiri dari 85% CaO dan 15% SiO<sub>2</sub>.

### Sintesis Katalis MgO/SiO<sub>2</sub>

Katalis MgO yang telah dikalsinasi ditimbang sebanyak 21,25 gram, dimasukkan ke dalam gelas beaker 1000 mL yang telah terisi 250 mL air bebas ion, kemudian ditambahkan 3,75 gram SiO<sub>2</sub>. Suspensi yang terbentuk diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada putaran 400 rpm selama 4 jam, kemudian diletakkan dalam *ultrasonic cleaner* selama 3 jam sambil diaduk setiap 10 menit. Suspensi tersebut didiamkan selama 24 jam, diletakkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam hingga kering. Serbuk yang diperoleh digerus dan dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 6 jam. Katalis tersebut terdiri dari 85% MgO dan 15% SiO<sub>2</sub>.

### Sintesis Katalis CaO-MgO/SiO<sub>2</sub>

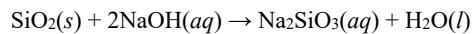
Sebanyak 10,625 gram CaO hasil proses sebelumnya dimasukkan ke dalam gelas beaker 1000 mL yang berisi 250 mL air bebas ion, ditambahkan 10,625 gram MgO sebanyak dan 3,75 gram SiO<sub>2</sub>. Larutan tersebut kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400 rpm selama 4 jam, kemudian diletakkan dalam *ultrasonic cleaner* selama 3 jam sambil sesekali diaduk setiap 10 menit. Campuran tersebut didiamkan selama 24 jam. Pelarut air dievaporasi dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam. Serbuk yang diperoleh digerus dan dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 6 jam. Katalisator ini terdiri atas 42,5% CaO; 42,5% MgO dan 15% SiO<sub>2</sub>.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

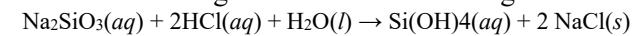
### Sintesis Katalis

ZAEF NTT dapat digunakan sebagai sumber silika karena struktur kimianya terdiri dari aluminosilikat dengan persentase silika (SiO<sub>2</sub>) yang tinggi, bisa mencapai 60% atau lebih. Komposisi tersebut menyebabkan zeolit alam dapat menjadi bahan baku yang melimpah dan murah untuk sintesis material berbasis silika seperti zeolit sintetis, katalis, atau adsorben. Pada sintesis silika dari ZAEF, NaOH sebagai pengekstrak silika dari dalam

kerangka zeolit dan HCl sebagai agen pengendap silika. Penggunaan NaOH 8 M untuk mengubah struktur kimia silika-alumina dalam zeolit alam membentuk natrium silikat, dengan reaksi reaksi sebagai berikut:

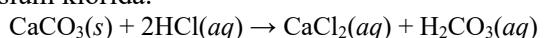


Filtrat yang diperoleh dari hasil penyaringan merupakan larutan natrium silikat, ketika ditambahkan HCl sampai pH = 7 menghasilkan gel asam silikat sebagai monomer dari silika gel.

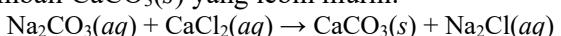


Asam silikat mengalami polimerisasi dengan membentuk ikatan siloksan (Si-O-Si). Polimerisasi akan berlangsung selama penambahan HCl dan waktu pemeraman selama 24 jam untuk membentuk gel yang lebih kaku. Setelah dilakukan penyaringan, residu yang diperoleh merupakan silika gel, dicuci berulang kali untuk menghilangkan peroduk samping, seperti ion Cl<sup>-</sup>. Endapan silika yang telah bebas ion Cl<sup>-</sup> dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 6 jam dan dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam. Proses ini menghasilkan padatan serbuk putih, yang terindikasi sebagai SiO<sub>2</sub>.

Katalis CaO disintesis dari endapan kapur air sadah di Kupang, NTT, diawali dengan proses refluks untuk melarutkan pengotor. Padatan kapur bersih yang terindikasi dominan mengandung CaCO<sub>3</sub> direfluks dengan HCl 3 M untuk menghasilkan kalsium klorida.

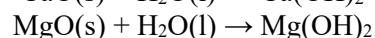
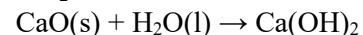


Penambahan larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> akan menghasilkan kembali CaCO<sub>3</sub>(s) yang lebih murni.



Proses ini untuk mendapatkan padatan CaCO<sub>3</sub> yang lebih murni. Padatan yang diperoleh dicuci berulang kali agar terbebas dari produk samping, dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam. Katalis MgO diperoleh melalui dekomposisi termal prekursor MgCO<sub>3</sub> secara langsung melalui proses kalsinasi pada suhu 800 °C.

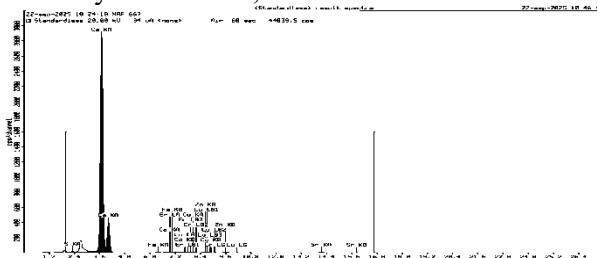
Katalis CaO/SiO<sub>2</sub>, MgO/SiO<sub>2</sub> dan CaO-MgO/SiO<sub>2</sub> disintesis menggunakan metode impregnasi basah dengan perbandingan massa 85% oksida logam MgO atau CaO dan 15% SiO<sub>2</sub>. Proses impregnasi basah akan mendispersikan kalsium hidroksida atau magnesium hidroksida pada permukaan SiO<sub>2</sub>.



Pada proses kalsinasi, kalsium hidroksida atau magnesium hidroksida diharapkan akan membentuk CaO dan MgO di permukaan silika.

### Karakterisasi Katalis menggunakan X-Ray Flourescence (XRF)

Melalui analisis XRF akan diperoleh spektrum yang menunjukkan hubungan antara intensitas dengan energi setiap unsur (Rossalina *et al.*, 2021). Berdasarkan spektra XRF, katalis CaO mengandung 9 jenis unsur yaitu S, Ca, Fe, Co, Cu, Zn, Sr, Er dan Lu, dengan intesitas energi dan karakteristik sinar-X yang berbeda pada setiap unsur. Apabila dilihat dari intensitas spektra yang dihasilkan, puncak untuk unsur Ca paling tinggi dengan tingkat energi sekitar 3,6 keV. Komposisi unsur Ca mencapai 98,69%, dengan senyawa oksidanya sebesar 98,78%.



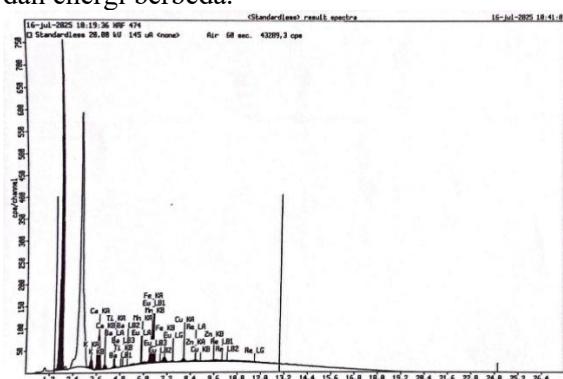
**Gambar 1.** Spektra XRF sampel CaO

Kandungan unsur lainnya tergolong rendah, komposisi unsur dan oksida <1%. Komposisi tersebut membuktikan bahwa sampel CaO yang digunakan memiliki tingkat kemurnian lebih dari 98%.

**Tabel 1.** Kandungan unsur dan senyawa oksida dalam sampel katalis CaO

Unsur	Senyawa	% Unsur	% Senyawa
S	SO <sub>3</sub>	0,15	0,30
Ca	CaO	98,69	98,78
Fe	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,068	0,064
Co	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,095	0,085
Cu	CuO	0,032	0,026
Zn	ZnO	0,10	0,085
Sr	SrO	0,56	0,44
Er	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,7	0,06
Lu	Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,22	0,17

Hasil analisis XRF pada sampel SiO<sub>2</sub> mengandung 11 jenis unsur yaitu Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Ba, Eu dan Re dengan intesitas spektra dan energi berbeda.

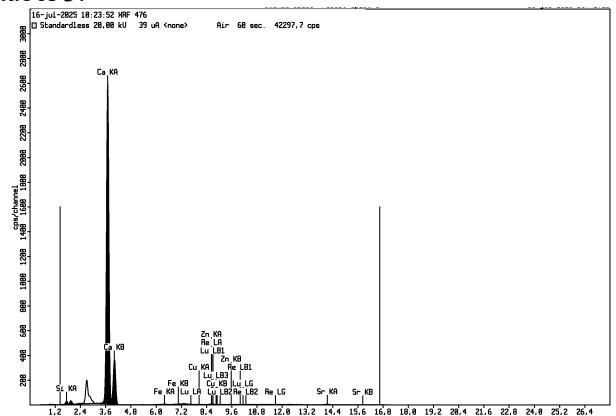


**Gambar 2.** Spektra XRF sampel silika (SiO<sub>2</sub>)  
Kandungan unsur tertinggi berturut-turut adalah Si, Ca dan K. Berdasarkan tabel 2, terdapat tiga unsur yang memiliki komposisi yang cukup besar yaitu unsur Si, Ca dan K, dengan presentase unsur berturut-turut adalah 94,4; 3,10 dan 1,1%. Sedangkan kandungan unsur lainnya memiliki komposisi unsur <1%. Selain itu, apabila dilihat dari kandungan komposisi senyawa oksida maka oksida tertinggi yaitu SiO<sub>2</sub>, CaO dan K<sub>2</sub>O.

**Tabel 2.** Komposisi unsur dan senyawa oksida sampel SiO<sub>2</sub>

Unsur	Senyawa	%unsur	%senyawa
Si	SiO <sub>2</sub>	94,4	97,8
K	K <sub>2</sub> O	1,1	0,41
Ca	CaO	3,10	1,28
Ti	TiO <sub>2</sub>	0,12	0,055
Mn	MnO	0,03	0,010
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,823	0,328
Cu	CuO	0,069	0,024
Zn	ZnO	0,005	0,002
Ba	BaO	0,09	0,03
Eu	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1	0,04
Re	Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,2	0,06

Hasil analisis XRF pada katalis CaO/SiO<sub>2</sub> mengandung 8 jenis unsur yaitu Si, Ca, Fe, Cu, Zn, Sr, Lu dan Re. Unsur dengan komposisi tertinggi Ca dan Si, seperti yang ditunjukkan pada gambar 3 dan tabel 3.



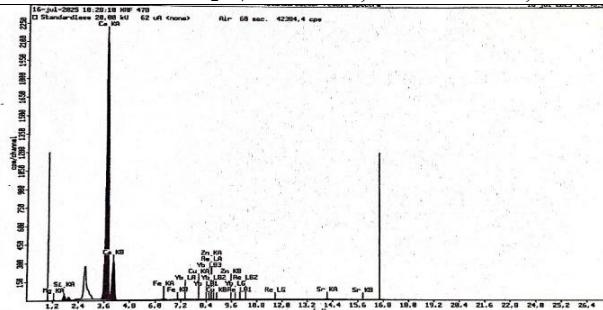
**Gambar 3.** Spektra XRF sampel CaO/SiO<sub>2</sub>

Berdasarkan gambar 3, dapat dilihat bahwa terdapat dua unsur utama yaitu Ca dan Si dengan komposisi unsur masing-masing berturut-turut adalah 94,84% dan 4,0%. Komposisi unsur dan senyawa pada sampel katalis CaO/SiO<sub>2</sub> mendekati yang ditargetkan semula pada tahap sintesis katalis melalui metode impregnasi, dengan komposisi CaO lebih dominan dibandingkan SiO<sub>2</sub>.

**Tabel 3.** Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam katalis CaO/SiO<sub>2</sub>

Unsur	Senyawa	%Unsur	%Senyawa
Si	SiO <sub>2</sub>	4,0	7,2
Ca	CaO	94,84	91,91

Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,14	0,12
Cu	CuO	0,03	0,03
Zn	ZnO	0,096	0,075
Sr	SrO	0,65	0,48
Lu	Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,17	0,12
Re	Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,05	0,04



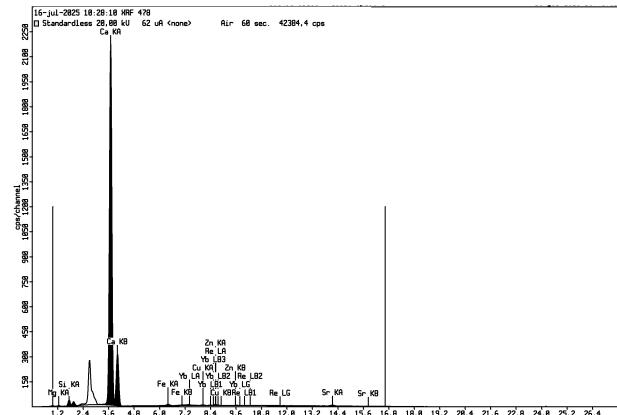
Gambar 4. Spektra XRF MgO/SiO<sub>2</sub>

Berdasarkan hasil analisis XRF pada katalis MgO/SiO<sub>2</sub>, mengandung 16 jenis unsur yaitu Mg, Si, P, Ca, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ce, Pr, Eu, Yb, W dan Re.

Tabel 4. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam katalis MgO/SiO<sub>2</sub>

Unsur	Senyawa	%Unsur	%Senyawa
Mg	MgO	61,8	68,0
Si	SiO <sub>2</sub>	27,6	26,2
P	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,5	1,3
Ca	CaO	6,39	3,28
Cr	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,083	0,041
Mn	MnO	0,12	0,054
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,45	0,21
Ni	NiO	0,06	0,02
Cu	CuO	0,23	0,094
Zn	ZnO	0,15	0,058
Ce	CeO <sub>2</sub>	0,62	0,26
Pr	Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,57	0,23
Eu	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1	0,04
Yb	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,05	0,02
W	WO <sub>3</sub>	0,33	0,13
Re	Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,03	0,01

Berdasarkan tabel 4, terdapat empat unsur yang memiliki komposisi cukup tinggi yaitu unsur Mg, Si, Ca dan P, dengan kandungan masing-masing berturut-turut 61,8; 27,6; 6,39 dan 1,5%. Senyawa oksida MgO dan SiO<sub>2</sub> memiliki komposisi paling dominan.



Gambar 5. Spektra XRF CaO-MgO/SiO<sub>2</sub>

Berdasarkan spektra XRF pada pada gambar 5 untuk katalis CaO-MgO/SiO<sub>2</sub>, mengandung 9 jenis unsur yaitu Mg, Si, Ca, Fe, Cu, Zn, Sr, Yb dan Re. Unsur Ca, Mg dan Si, beserta senyawa oksidanya masing-masing memiliki komposisi paling dominan.

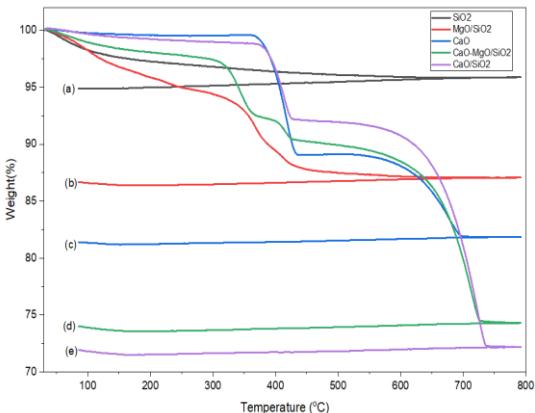
Tabel 5. Kandungan Unsur dan Senyawa Oksida dalam katalis CaO-MgO/SiO<sub>2</sub>

Unsur	Senyawa	%Unsur	%Senyawa
Mg	MgO	11	15
Si	SiO <sub>2</sub>	6,29	10,6
Ca	CaO	81,18	73,37
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,25	0,20
Cu	CuO	0,074	0,053
Zn	ZnO	0,100	0,071
Sr	SrO	0,75	0,20
Yb	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,46	0,30
Re	Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,1	0,08

Dilihat dari komposisi senyawa oksida, CaO, MgO dan SiO<sub>2</sub> memiliki komposisi masing-masing berturut-turut sebesar 73,37; 15 dan 10,6%. Komposisi oksida ini lebih dominan CaO, meskipun pada proses sintesis katalis, jumlah prekursor CaO dan MgO sama, masing-masing 42,5%. Hal ini dapat terjadi karena pada sampel SiO<sub>2</sub> semula hasil sintesis dari ZAEF terdapat unsur Ca atau dalam bentuk oksida CaO.

#### Karakterisasi Katalis menggunakan Thermogravimetry Analyzer (TGA)

TGA menawarkan cara langsung dan kuantitatif untuk menghubungkan perubahan massa katalis padat dengan peristiwa kimia dan fisik spesifik yang terjadi di bawah kondisi termal terkontrol (Joao, 2024)



**Gambar 6.** Kurva TGA Katalis (a)SiO<sub>2</sub>, (b)MgO/SiO<sub>2</sub>, (c)CaO, (d)CaO-MgO/SiO<sub>2</sub> dan (e)CaO/SiO<sub>2</sub>

Karakterisasi TGA untuk kelima bahan dalam penelitian ini dilakukan pada rentang suhu 30-800 °C, dengan laju pemanasan 10 °C/min. Berdasarkan kurva TGA pada gambar 6, setiap katalis mengalami penurunan massa seiring dengan meningkatnya suhu.

Karakteristik termal sampel SiO<sub>2</sub> yang digunakan sebagai peyangga katalis dalam penelitian ini ditunjukkan pada gambar 6a. Sampel SiO<sub>2</sub> memiliki massa awal 7,171 mg. Terjadi 3 tahap penurunan massa seiring dengan kenaikan suhu pemanasan. Tahap pertama pada kisaran suhu 30-200 °C terjadi proses dehidrasi yaitu pelepasan air teradsorpsi pada sampel tersebut. Pada tahap ini terjadi kehilangan massa sekitar 2,7%. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Mahtabani *et al.* (2021), air yang teradsorpsi secara fisika pada silika biasanya akan hilang pada rentang suhu 30-150 °C. Penurunan massa kedua pada suhu 200-550 °C, terjadi proses dehidrosilasi atau penghilangan gugus silanol (≡Si-OH) menjadi ikatan siloksan (Si-O-Si). Dua gugus silanol yang berdekatan dapat bereaksi dan berkondensasi membentuk ikatan siloksan, sehingga mengurangi jumlah gugus hidrosil/silanol pada permukaan. Pada tahap kedua ini terjadi kehilangan massa sampel sebesar 1,2%. Penurunan lanjut terjadi pada suhu 550-800 °C dengan kehilangan massa sampel sebesar 0,2%. Pada tahap ini kurva mengalami penurunan secara perlahan hingga menjadi datar, diperkirakan karena terjadinya proses dehidrosilasi gugus silanol yang terperangkap dalam pori silika. Pada kisaran suhu ini silika mulai menjadi stabil, hanya sedikit mengalami dekomposisi.

Kurva (b) pada gambar 6, memperlihatkan karakteristik termal katalis MgO/SiO<sub>2</sub>, yang memiliki massa awal sebesar 7,728 mg. Pada rentang suhu 30-200 °C, terjadi penurunan massa sekitar 4% yang menunjukkan terjadi kehilangan air teradsorpsi. Pada rentang suhu 200-450 °C terjadi proses dehidrosilasi

MgO. Pada tahap ini, terjadi penurunan massa yang cukup besar sekitar 8%. Sehingga berdasarkan kehilangan massa tersebut maka katalis MgO yang digunakan telah berinteraksi dengan CO<sub>2</sub> membentuk MgCO<sub>3</sub> sehingga pada tahap ini terjadi transformasi termal dari MgCO<sub>3</sub> menjadi MgO. Rentang suhu 450-800 °C pada kurva TGA menunjukkan penurunan massa yang cukup kecil <1%, yang menandakan terjadinya dehidrosilasi silika dan kondensasi permukaan katalis sehingga pada rentang suhu ini katalis mulai stabil dengan total kehilangan massa sebesar 12,5%. Penggunaan SiO<sub>2</sub> sebagai peyangga pada katalis MgO memperngaruhi stabilitas termal karena silika sebagai peyangga dapat mencegah adsorpsi uap air secara berlebih pada katalis dan dapat stabil pada suhu tinggi.

Kurva (c) pada gambar 6 memperlihatkan katalis CaO mengalami penurunan massa sekitar 0,4% pada kisaran suhu 30-350 °C. Penurunan massa yang kecil ini menunjukkan terjadinya dehidrasi uap air yang terserap pada sampel. Selanjutnya pada kisaran suhu 350-450 °C terjadi penurunan massa sebesar 10,5%. Penurunan massa yang besar ini dapat disebabkan oleh dekomposisi Ca(OH)<sub>2</sub> menjadi CaO dan uap air. Jika CaO terpapar uap air di udara, akan bereaksi membentuk kalsium hidroksida [Ca(OH)<sub>2</sub>]. Terjadi penurunan bobot sekitar 7% pada suhu sekitar 450-715 °C. Pada tahap ini terjadi degradasi CaCO<sub>3</sub> menjadi CaO dan CO<sub>2</sub>. Pada suhu sekitar 715-800 °C massa mulai stabil tidak mengalami dekomposisi. Total kehilangan massa pada sampel katalis tersebut sekitar 18,14% massa awal sebesar 8,329 mg. CaO memiliki ketahanan termal yang cukup baik karena sebagian besar dari massanya tetap stabil hingga suhu 800 °C. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Suprapto *et al.* (2016) yang menjelaskan bahwa puncak endotermik pada katalis CaO dari batu kapur yang di analisis menggunakan TGA/DSC tercatat pada 26,34 dan 347,94 °C yang disebabkan oleh dekomposisi H<sub>2</sub>O yang berikatan dengan CaCO<sub>3</sub>, sementara itu terjadi dekomposisi gugus karbonat yang terjadi pada kisaran suhu 798,48 °C sebagai puncak eksotermik CO<sub>2</sub> yang dilepaskan dari gugus karbonat, pada suhu 800 °C katalis mulai stabil.

Karakteristik stabilitas termal katalis CaO-MgO/SiO<sub>2</sub> disajikan dalam kurva (d) pada gambar 6, terdapat beberapa tahapan penurunan massa pada sampel tersebut. Pada rentang suhu 31-300 °C terjadi kehilangan massa yang cukup kecil sekitar 2,56% dari massa sampel awal. Pada tahap ini terjadi kehilangan uap air yang teradsorpsi secara fisik dan air yang terperangkap dalam pori-pori sampel. Selanjutnya pada rentang suhu 300-400 °C

kehilangan massa 5% dari berat sampel awal yang menandakan terjadinya dehidrasi  $Mg(OH)$  dan dekomposisi  $MgCO_3$ . Rentang suhu 400-730 °C terjadi penurunan bobot signifikan sebesar 17,42%, yang disebabkan oleh dekomposisi  $CaCO_3$  dan  $MgCO_3$  yang dapat terbentuk selama persiapan sampel. Sehingga pada hasil analisis TGA katalis  $CaO$ - $MgO$ / $SiO_2$  terjadi kehilangan massa total sekitar 25,27%.

Kurva (e) pada gambar 6 menunjukkan penurunan massa katalis  $CaO$ / $SiO_2$  dengan meningkatnya suhu. Tahap pertama terjadi penurunan bobot pada rentang suhu sekitar 31-360 °C, terjadi kehilangan massa sekitar 1%. Penurunan massa yang kecil ini menandakan terjadi penguapan air teradsorpsi pada permukaan material berpori. Selanjutnya terjadi penurunan massa sekitar 6% pada rentang suhu 360-450 °C, sebagai akibat dari dekomposisi  $Ca(OH)_2$  menjadi  $CaO$  dan uap air, serta terjadi proses pelepasan gugus -OH di permukaan silika. Penurunan massa sekitar 19% pada rentang suhu 450-740 °C, menunjukkan terjadi reaksi utama karena terjadinya proses dekarbonasi  $CaCO_3$  menjadi  $CaO$  dan  $CO_2$ . Proses dekarbonasi  $CaCO_3$  terjadi karena katalis  $CaO$  yang digunakan mudah bereaksi dengan  $CO_2$  di udara pada kondisi lembab. Menurut Grasa *et al.* (2014),  $CaO$  mudah berubah menjadi  $CaCO_3$  apabila berada di udara lembab atau terlalu lama berada di suhu ruang. Berdasarkan kurva TGA, total kehilangan massa katalis  $CaO$ / $SiO_2$  sebesar 27,82% dari massa sampel awal.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa komposisi unsur dan oksida katalis berbasis  $CaO$ ,  $MgO$  dan  $SiO_2$  yaitu  $CaO$ / $SiO_2$ ,  $MgO$ / $SiO_2$  dan  $CaO$ - $MgO$ / $SiO_2$  menunjukkan bahwa setiap katalis yang disintesis memiliki unsur dan senyawa oksida dominan sesuai dengan komposisi prekursor semula pada proses sintesis. Hasil karakterisasi stabilitas termal pada setiap jenis bahan yang disintesis menunjukkan bahwa setiap bahan memberikan respon termal yang dipengaruhi oleh komposisi kimia dan interaksi dengan  $SiO_2$  sebagai penyangga.  $SiO_2$  menunjukkan kestabilan termal yang tinggi dibandingkan dengan empat bahan katalis lainnya, sehingga material ini efektif digunakan sebagai penyangga dalam mempertahankan struktur katalis pada suhu tinggi. Urutan kestabilan termal bahan katalis yang disintesis dalam penelitian ini berdasarkan kehilangan massa pada pemanasan 30-800 °C adalah  $SiO_2$ > $MgO$ / $SiO_2$ > $CaO$ > $CaO$ - $MgO$ / $SiO_2$ > $CaO$ / $SiO_2$ .

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada semua anggota tim peneliti yang mengambil bagian dalam penelitian ini dan kepada Sri Adeningsi Petroni Henukh yang telah terlibat dalam semua tahapan penelitian.

## DAFTAR RUJUKAN

- Changmai, B., Vanlalveni, C., Ingle, A.P., Bhagat, R. and Rokhum, S.L. (2020). Widely Used Catalysts in Biodiesel Production : a review. *RSC Advances*, 10(68) : 41625–41679.
- Gallego-Villada, L., Sánchez, G.J., Lauer, G., Mäki-Arvela, P., Sánchez-Velandia, J. E. and Murzin, D. (2025). Physicochemical Characterization of Solid Catalysts: Morphological, Structural, Textural, Reducibility, and Acid-Base Insights. *ChemCatChem*, 17(23): 1-42.
- Grasa, G., Martinez, I., Diego, M. and Abanades, J. (2014). Determination of  $CaO$  Carbonation Kinetics under Recarbonation Conditions. *Energy & Fuels*, 28 : 4033–4042.
- Habte, L., Shiferaw, N., Mulatu, D., Thenepalli, T., Chilakala, R. and Ahn, J. W. (2019). Synthesis of Nano-Calcium Oxide from Waste Eggshell by Sol-Gel Method. *Sustainability*, 11(3196):1-10.
- Joao, K. (2024). Thermo-Gravimetric Analysis in the Investigation of Catalysts: Insights and Innovations. *Journal of Chromatography & Separation Techniques*, 15 (6) : 1-2.
- Khine, E. E., Baumli, P. and Kaptay, G. (2020). Preparations of Calcium Oxide Nanoparticles Using Precipitation Method. *Materials Science and Engineering*, 45(1) :182–190.
- Lubis, S. (2009). Preparasi Katalis Cu/Silika Gel dari Kristobalit Alam Sabang serta Uji Aktivitasnya pada Reaksi Dehidrogenasi Etanol, Rekayasa Kimia dan Lingkungan, 7(1) : 29-35.
- Mahtabani, A., La Zara, D., Anyszka, R., He, X., Paajanen, M., van Ommen, J.R., Dierkes, W. and Blume, A. (2021). Gas Phase Modification of Silica Nanoparticles in a Fluidized Bed: Tailored Deposition of Aminopropylsiloxane, *Langmuir*, 37: 4481–4492.
- Mmusi, K.C., Odisitse, S. and Nareetsile, F. (2021). Comparison of  $CaO$ -NPs and Chicken Eggshell-Derived  $CaO$  in the Production of Biodiesel from *Schinziophyton rautanenii* (Mongongo) Nut Oil. *Hindawi Journal of Chemistry*, Volume 2021: 1-15.

- Nobre, J.F., Ahmed, H., Bravo, M., Evangelisita, L. and Brito, J. (2020). Magnesia (MgO) Production and Characterization, and Its Influence on the Performance of Cementitious Materials: A Review. *Materials*, 13(21): 1-31.
- Oueda, N., Bonzi-Coulibaly, Y. and Ouédraogo, I. (2017). Deactivation Processes, Regeneration Conditions and Reusability Performance of CaO or MgO Based Catalysts Used for Biodiesel Production—A Review. *Materials Sciences and Applications*, 8 : 94-122.
- Suprapto, S., Fauziah, T., Sangi, M., Oetami, T., Qoniah, I. and Prasetyoko, D. (2018). Calcium Oxide from Limestone as Solid Base Catalyst in Transesterification of Reutealis trisperma Oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16 (2): 208-2013.
- Widayat, W., Arman, M.A.P., Syarief, E., Buchori, L. dan Sulardjaka, S. (2024). Sintesis, Karakterisasi dan Pengujian Katalis CaO-MgO/Fe<sub>3</sub>O<sub>3</sub> dari Dolomit dan Pasir Besi untuk Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas. *Teknik*, 45(1): 91–100.
- Widayat, W., Maheswari, N.T., Fitriani, W., Buchori, L., Satriadi, H., Kusmiyati, K. and Ngadi, N. (2023). Preparation of MgO-CaO/SiO<sub>2</sub> Catalyst from Dolomite and Geothermal Solid Waste for Biodiesel Production. *International Journal of Renewable Energy Development*, 12(3): 541–549.
- Widiarti, N. dan Rahayu, E. F. (2017). Sintesis CaO.SrO dan Aplikasinya pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Menjadi Biodiesel. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 5 (1): 19-27.