

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS HETEROGEN: LIMBAH CANGKANG KERANG *ENSIS* SP.

SYNTHESIZE AND CHARACTERIZATION OF HETEROGENEOUS CATALYST: ENSIS SP. SHELL WASTE

Wiji Utami^{1*}

¹Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Sulthan Thaha Saifuddin Jambi, Indonesia

*Email: wijiutami@uinjambi.ac.id

Diterima: 11 Oktober 2022. Disetujui: 28 November 2022. Dipublikasikan: 10 Desember 2022

Abstrak: Sintesis dan karakterisasi katalis heterogeny dari limbah cangkang kerrang *Ensis* sp. telah dilakukan menggunakan metode eksperimen. Penelitian ini bertujuan untuk mengubah limbah padat cangkang kerrang *Ensis* sp. menjadi katalis heterogen yang memiliki nilai manfaat tinggi. Selain itu, penelitian ini merupakan upaya untuk mengurangi limbah padat cangkang kerang *Ensis* sp. di Kampung Laut. Bahan diberi perlakuan tanpa kalsinasi dan kalsinasi pada suhu 900 °C dan 800 °C. Sampel dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) and *X-ray diffraction* (XRD). Berdasarkan analisis yang digunakan, kalsinasi pada suhu 800 °C (sampel A3) memberikan hasil paling efektif sebagai katalis heterogen. Hasil penelitian ini didukung dengan hasil spektrum FTIR dan difraktogram XRD yang memberikan intensitas terbaik pada sampel A3.

Kata Kunci : katalis CaO catalyst, katalis heterogen, limbah cangkang kerang *Ensis* sp.

Abstract: Synthesis and characterization of heterogeneous catalysts from *Ensis* sp. shell waste have been carried out using experimental methods. This study aims to convert solid waste *Ensis* sp. shells into heterogeneous catalysts that have high usefulness values. In addition, this research is an effort to reduce the solid waste of *Ensis* sp. shells in Kampung Laut. The material was treated without calcining and calcining at 900 °C and 800 °C. The samples were characterized Fourier Transform Infrared (FTIR) and X-ray diffraction (XRD). Based on the analysis used, the calcination at 800 °C (sample A3) gives the most effective results as heterogeneous catalysts. The results of this study were supported by the results of the FTIR spectrum and XRD diffractogram which gave the best intensity in sample A3.

Keywords : *Ensis* sp. Shell waste, CaO catalyst, heterogeneous catalyst

PENDAHULUAN

Kegiatan Nyumbun di Kampung Laut, Kabupaten Tanjung Jabung Timur menjadi daya tarik bagi wisatawan dan peneliti. Kegiatan Nyumbun yaitu melakukan pencarian dan penangkapan terhadap Kerang Bambu (*Ensis* sp.) ketika air laut mengalami surut. Awalnya kegiatan ini hanya dilakukan oleh suku Duano, namun seiring perkembangan zaman suku lain juga ikut berpartisipasi dalam kegiatan ini.

Nyumbun memiliki arti penghormatan terhadap laut dan penerapan aktivitas ini berarti menjaga kelestarian alam. Kegiatan ini kemudian didukung oleh pemerintah daerah setempat dan ditetapkan sebagai Tradisi Nyumbun. Tradisi ini dilakukan pada bulan April hingga juni saat kondisi air laut benar-benar mengalami surut. Pengambilan kerang bambu pada tradisi ini diiringi dengan sikap dan tingkah laku yang terhormat sebagai bentuk penghargaan pada alam. Kerang yang diperoleh diolah sedemikian rupa sebagai sumber protein bagi masyarakat [1].

Konsumsi Kerang Bambu (*Ensis* sp.) dalam jumlah besar menimbulkan masalah lingkungan yaitu limbah padat yang disebabkan oleh buangan hasil pengolahan cangkang Kerang Bambu (*Ensis* sp.).

Kandungan senyawa CaO pada cangkang Kerang Bambu (*Ensis* sp.) dapat dijadikan sebagai bahan baku sintesis katalis heterogen untuk produksi biodiesel. Biodiesel merupakan salah satu energi alternatif terbarukan (*renewable energy*) memiliki kelebihan ekonomis, tidak beracun, dapat didekomposisi, ramah lingkungan, mudah diperoleh [2][3][4]. Dalam proses sintesis biodiesel membutuhkan pereaksi yang mempercepat reaksi yaitu katalis. Saat ini, para peneliti banyak mengembangkan katalis heterogen berbahan dasar limbah yang ekonomis.

Penelitian terdahulu menyampaikan bahwa katalis heterogen lebih baik dibandingkan katalis homogen yang memiliki kekurangan yaitu tingginya biaya dalam *post-treatment* dan bersifat korosif pada peralatan besi yang digunakan. Dengan memanfaatkan limbah padat cangkang Kerang Bambu (*Ensis* sp), maka diharapkan dapat memanfaatkan potensi dalam bidang ilmu pengetahuan desain material katalis.

Sintesis katalis heterogen yang berasal dari cangkang kerang bambu (*Ensis* sp.) telah dilakukan oleh peneliti terdahulu yaitu limbah padat cangkang kerang bambu yang diperoleh dari Pasar Muara Tebas, Sawarak, Malaysia. Material tersebut

dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 2,5 jam dan katalis tersebut digunakan untuk produksi biodiesel. Biodiesel yang dihasilkan sebanyak 98,80%. Selain itu, katalis ini dapat digunakan secara berulang kali dan pemakaian ke lima konversi biodiesel sebanyak 76,40%[5].

Penelitian serupa penggunaan cangkang kerang bambu (*Ensis* sp.) yang diimpregnasi dengan kalium iodida (KI) menggunakan reaktor *microwave* diperoleh konversi biodiesel 96,99%. Hal ini menunjukkan potensi cangkang Kerang Bambu (*Ensis* sp.) karena kandungan oksida CaO sebagai katalis heterogen. Katalis heterogen berbasis kalsium dikenal dengan memiliki kelebihan yaitu basisitas tinggi, kelarutan rendah, dapat digunakan kembali, murah, dan mudah diperoleh [5].

Sintesis katalis heterogen dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu luas permukaan, pori-pori, situs basa, dan ukuran partikel [6]. Penggunaan cangkang Kerang Bambu (*Ensis* sp.) juga dilakukan di Thailand. Limbah tersebut dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 2 jam dan ukuran partikel 100-200 mesh, dan dapat mengkonversi biodiesel hingga 98% [7]. Perlakuan kalsinasi 900 °C memberikan hasil yang cukup maksimal pada limbah kerang ini dan penggunaan katalis ini mampu menghasilkan biodiesel mencapai 99% [8].

Penggunaan cangkang telah dikembangkan oleh peneliti terdahulu seperti cangkang remis, moluska [9], sayap malaikat [10], dan venus [11]. Sumber CaO lainnya yang dapat dijadikan sebagai katalis heterogen yaitu cangkang telur dan tulang [3], [4], [12]–[15]. Penelitian menggunakan limbah cangkang kerang bambu masih terbatas informasinya, sehingga penggunaan limbah kerang bamboo yang berasal dari Tradisi Nyumbu memberikan distingsi baru pada bidang ini. Berdasarkan penjelasan di atas maka perlu dilakukan penelitian sintesis dan karakterisasi katalis heterogen cangkang Kerang Bambu (*Ensis* sp.) dari Kampung Laut, Jambi. Manfaat yang dapat diperoleh dari hasil penelitian ini adalah memberikan fungsi secara teori dan praktek. Secara teori hasil penelitian ini memberikan informasi baru tambahan terkait penggunaan limbah padat kerang bambu sebagai katalis heterogen. Selain itu, manfaat utama yaitu sebagai upaya reduksi limbah padat yang dapat menimbulkan masalah lingkungan.

METODE PENELITIAN

1. Persiapan Katalis heterogen

Sebanyak 5 Kg Cangkang kerang dari Kampung Laut dibersihkan dari pengotor, kemudian dikeringanginkan sinar matahari selama 5 hari. Selanjutnya, ditumbuk kasar untuk memperkecil ukuran material. Setelah ukuran material menjadi lebih kecil, kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 800 dan 900 °C selama 2 jam [16]. Setelah itu, material digerus dan diayak dengan ayakan 100 dan 200 mesh,

sehingga menghasilkan enam buah bubuk sampel pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil persiapan katalis heterogen

Kode Sampel	Kalsinasi	Mesh
A1	Tanpa kalsinasi	100
A2	900°C	100
A3	800°C	100
A4	Tanpa kalsinasi	200
A5	900°C	200
A6	800°C	200

2. Karakterisasi Material

Seluruh sampel dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsional yang terdapat di material katalis heterogeny. Selain itu, identifikasi mineral katalis heterogen dilakukan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) [5], [7]. Selanjutnya akan dilakukan analisis hasil karakterisasi dengan metode deskripsi kualitatif dengan cara membandingkan data penelitian ini dengan hasil penelitian terdahulu atas kelayakan katalis heterogen yang disintesis [17].

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Karakterisasi menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada material katalis (terdapat pada Gambar 1 Tabel 3). Gambar 1.A1 menunjukkan katalis alami dari limbah cangkang kerang bambu dengan ayak 100 mesh. Pada katalis A1, pita tajam pada 712,73 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ion karbonat sedangkan pita medium di 1446,67 cm⁻¹ dan 1083,08 cm⁻¹ berasal dari serapan regangan Ca-O dan vibrasi ion karbonat dari polimorfis kalsium karbonat. Pita tajam 1786, 16 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi C=O. Gugus OH muncul pada sekitar 2987,86 cm⁻¹, 2915,53 cm⁻¹, dan 2849,95 cm⁻¹ [5], [8]. Kalsinasi 900 °C pada sampel katalis menyebabkan perubahan struktur ditandai dengan munculnya pita serapan baru yang terdapat pada Gambar 1. A2. Pada Gambar A2 terlihat bahwa pita kuat dan tajam muncul pada 3643,69 cm⁻¹. Pita ini menunjukkan kemisorpsi atau gugus OH dari senyawa Ca(OH)₂ [18]. Suhu kalsinasi 800 °C pada Gambar 1. A3 juga memunculkan puncak baru dengan intensitas lebih rendah dibanding Gambar 1.A2 yaitu pada 3657,19 cm⁻¹.

Sampel A3-A6 pada Gambar 1 menjelaskan spektra dari sampel yang diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Pada sampel A4 terdapat spektra yang memunculkan bilangan gelombang bersifat melebar sekitar 1363.73 cm⁻¹ hingga 1700 cm⁻¹. Selanjutnya, pada sampel A4 juga muncul pita 2522.04 cm⁻¹. Kalsinasi suhu 900 °C menimbulkan puncak baru yang tajam pada 3642.73 cm⁻¹ yang menunjukkan serapan

OH. Pada sampel ini masih terdapat spektra melebar pada bilangan gelombang sekitar $1363,73\text{ cm}^{-1}$ hingga 1700 an . Kondisi yang sama masih terdapat pada sampel A6, namun pada sampel ini muncul puncak tajam baru yaitu pada $2984,01\text{ cm}^{-1}$, $2875,02\text{ cm}^{-1}$, dan $2510,46\text{ cm}^{-1}$. Penelitian terdahulu menjelaskan bahwa puncak melebar yang terdapat pada sebaran bilangan gelombang 1430 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan CaO [5].

Hasil analisis FTIR telah menjelaskan berbagai jenis gugus fungsi yang terdapat pada material katalis. Penurunan intensitas puncak pada spektrum bilangan gelombang hasil analisis FTIR disebabkan adanya perlakuan kalsinasi yang menyebabkan hilangnya molekul air [18]. Adanya pita yang menunjukkan serapan kalsium dari CaO maupun $\text{Ca}(\text{OH})_2$ menunjukkan limbah cangkang kerang *Ensis* sp. memiliki potensi sebagai sumber katalis heterogen.

2. X-ray Diffraction (XRD)

Hasil karakterisasi kandungan mineral pada bubuk katalis heterogen terdapat pada Gambar 2. Proses identifikasi hasil karakterisasi XRD pada penelitian ini menggunakan metode pembandingan dengan hasil penelitian terdahulu. Gambar 2 menjelaskan bahwa pada semua sampel muncul puncak tajam yang berasal dari oksida CaO. Pada gambar tersebut ditunjukkan menggunakan tanda bulat hitam. Pada sampel A1 terlihat bahwa CaO muncul di puncak tajam 2θ $33,14^\circ$ dan $36,127^\circ$. Sampel A2 diberi perlakuan kalsinasi sampel pada suhu 900°C . Sampel ini menunjukkan keberadaan puncak baru yaitu pada 2θ $18,046^\circ$; $29,413^\circ$; $34,129^\circ$; dan $47,486^\circ$. Kalsinasi 800°C pada katalis dengan ayakan 100 mesh hanya menimbulkan puncak CaO yang sedikit namun intensitas puncak yang tinggi dibanding sampel yang lain yaitu muncul pada 2θ $29,366^\circ$. Sampel dengan

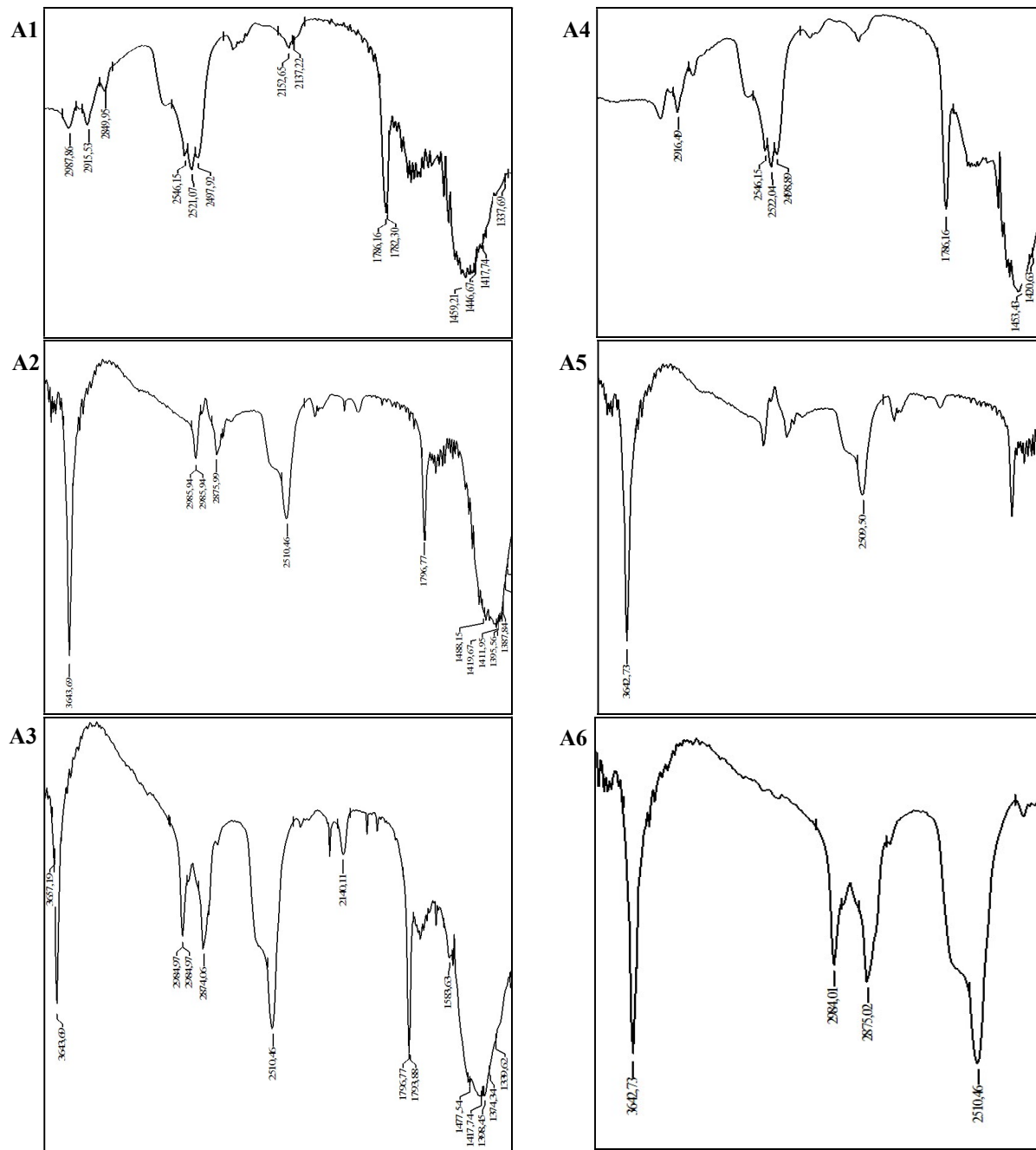
ukuran yang berbeda namun perlakuan yang sama ditunjukkan pada sampel A4-A6.

Pada Gambar 2. Sampel A4 menunjukkan sampel alami limbah kerang *Ensis* sp yang diayak 200 mesh tanpa proses kalsinasi (juga dapat dilihat pada Tabel 1). Pada sampel ini puncak identik CaO hanya muncul pada $36,061^\circ$ dan $37,837^\circ$ dengan intensitas yang rendah. Perlakuan kalsinasi 900°C pada A5 menyebabkan penambahan puncak CaO $18,016^\circ$; $23,049^\circ$; $29,389^\circ$; $34,093^\circ$; $47,473^\circ$; dan $50,815^\circ$. Sedangkan pada sampel A6 menunjukkan kondisi yang hampir sama dengan sampel A3. Hasil penelitian ini menyerupai penelitian terdahulu [5], [8], [19]. Reddy (2017) mengatakan bahwa sampel jenis kerang ini mengalami dekomposisi dari CaCO_3 menjadi CaO terjadi pada suhu 850°C . Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian ini bahwa pada suhu kalsinasi 800°C yang dapat memberikan kemunculan puncak CaO yang maksimal.

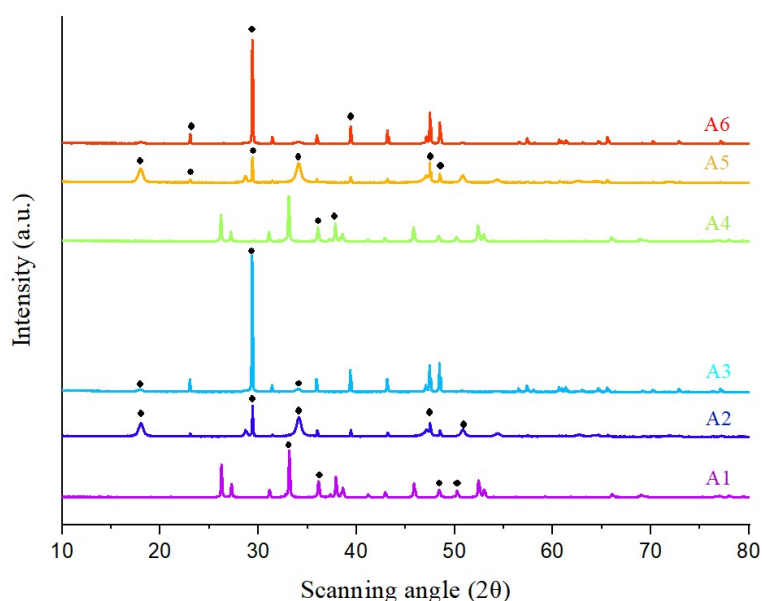
Perlakuan kalsinasi di ukuran sampel berbeda pada katalis heterogen yang terbuat dari limbah padat cangkang kerrang *Ensis* sp. dapat meningkatkan kualitas dan karakteristik yang dapat dijadikan dalam sintesis biodiesel. Hasil analisis menggunakan FTIR dan XRD pada katalis dari limbah kerang bambu (*Ensis* sp.) memberikan kondisi optimum pada katalis A3 dengan kondisi reaksi 800°C dan ukuran 100 mesh.

Tabel 3. Gugus fungsi katalis heterogen yang diproduksi dari limbah padat cangkang kerang bambu (*Ensis* sp.)

Gugus Fungsi		A1 (cm^{-1})	A2 (cm^{-1})	A3 (cm^{-1})	A4 (cm^{-1})	A5 (cm^{-1})	A6 (cm^{-1})
OH	Alkohol		3643,69	3657,19 3643,69		3642,73	3642,73
NH	Amide	2987,86	2985,94	2984,97	2916,49		2984,01
		2915,53	2875,99	2874,06			2875,02
		2849,95					
CH	Aldehyde	2546,15	2510,46	2510,46	2546,15	2509,50	2510,46
		2521,07			2522,04		
					2498,89		
CN	Alkil nitril	2497,92		2140,11			
		2152,65					
		2137,22					
	Asil halida	1786,16	1796,77	1796,77	1786,16		
		1782,30		1793,88			
N-H	Amine			1583,63			
-C-NO ₂	Nitro aromatic	1459,21	1488,15	1477,54	1453,43		
		1446,67	1419,67		1420,63		
		1417,74					
CaO			1411,95	1417,74			



Gambar 1. Spektrum FTIR katalis heterogen yang disintesis dari limbah padat cangkang kerang bambu (*Ensis* sp.)



Gambar 2. Difraktogram XRD katalis heterogen yang disintesis dari limbah padat cangkang kerang bambu (*Ensis* sp.) (A1-A6).

KESIMPULAN

Sintesis dan karakterisasi katalis heterogen dari *Ensis* sp. limbah cangkang telah dilakukan dengan menggunakan metode eksperimental. Penelitian ini bertujuan untuk mengkonversi limbah padat *Ensis* sp. cangkang menjadi katalis heterogen yang memiliki nilai kegunaan tinggi. Selain itu, penelitian ini merupakan upaya untuk mengurangi limbah padat *Ensis* sp. kerang di Kampung Laut. Bahan diperlakukan tanpa kalsinasi dan kalsinasi pada suhu 900 °C dan 800 °C. Berdasarkan analisis yang digunakan, kalsinasi pada suhu 800 °C memberikan hasil yang paling efektif untuk katalis heterogeny dan dapat direkomendasikan sebagai katalis heterogen untuk sintesis biodiesel.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anonim, "Sejarah Suku Duano Kampung Laut," *Kompasiana*, 2022.
- [2] A. Buasri and V. Loryuenyong, "Application of waste materials as a heterogeneous catalyst for biodiesel production from *Jatropha Curcas* oil via microwave irradiation," *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 5, pp. 6051–6059, 2017, doi: 10.1016/j.matpr.2017.06.093.
- [3] R. Risso, P. Ferraz, S. Meireles, I. Fonseca, and J. Vital, "Highly active Cao catalysts from waste shells of egg, oyster and clam for biodiesel production," *Appl. Catal. A Gen.*, vol. 567, pp. 56–64, 2018, doi: 10.1016/j.apcata.2018.09.003.
- [4] R. Shan, L. Lu, Y. Shi, H. Yuan, and J. Shi, "Catalysts from renewable resources for biodiesel production," *Energy Convers. Manag.*, vol. 178, no. July, pp. 277–289, 2018, doi: 10.1016/j.enconman.2018.10.032.
- [5] A. N. R. Reddy, A. A. Saleh, M. S. Islam, and S. Hamdan, "Active Razor Shell CaO Catalyst

Synthesis for *Jatropha* Methyl Ester Production via Optimized Two-Step Transesterification," *J. Chem.*, vol. 2017, no. 1, pp. 1–7, 2017.

- [6] Y. H. Tan, M. O. Abdullah, C. Nolasco-Hipolito, and Y. H. Taufiq-Yap, "Waste ostrich- and chicken-eggshells as heterogeneous base catalyst for biodiesel production from used cooking oil: Catalyst characterization and biodiesel yield performance," *Appl. Energy*, vol. 160, pp. 58–70, 2015, doi: 10.1016/j.apenergy.2015.09.023.
- [7] A. B. and V. Loryuenyong, "The new green catalysts derived from waste razor and surf clam shells for biodiesel production in continuous reactor," *Green Process. Synth.*, vol. 4, no. 5, 2015.
- [8] A. Aitlaalim *et al.*, "Utilization of waste grooved razor shell (Grs) as a catalyst in biodiesel production from refined and waste cooking oils," *Catalysts*, vol. 10, no. 6, pp. 1–17, 2020, doi: 10.3390/catal10060703.
- [9] J. Boro, D. Deka, and A. J. Thakur, "A review on solid oxide derived from waste shells as catalyst for biodiesel production," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 16, no. 1, pp. 904–910, 2012, doi: 10.1016/j.rser.2011.09.011.
- [10] O. N. Syazwani, U. Rashid, M. S. Mastuli, and Y. H. Taufiq-Yap, "Esterification of palm fatty acid distillate (PFAD) to biodiesel using Bi-functional catalyst synthesized from waste angel wing shell (*Cyrtopleura costata*)," *Renew. Energy*, vol. 131, pp. 187–196, 2019, doi: 10.1016/j.renene.2018.07.031.
- [11] O. N. Syazwani, S. H. Teo, A. Islam, and Y. H. Taufiq-Yap, *Transesterification activity and characterization of natural CaO derived from waste venus clam (*Tapes belcheri* S.) material for enhancement of biodiesel production*, vol.

105. 2017. doi: 10.1016/j.psep.2016.11.011.
- [12] J. Goli and O. Sahu, "Development of heterogeneous alkali catalyst from waste chicken eggshell for biodiesel production," *Renew. Energy*, vol. 128, pp. 142–154, 2018, doi: 10.1016/j.renene.2018.05.048.
- [13] A. R. K. Gollakota, V. Volli, and C. M. Shu, "Transesterification of waste cooking oil using pyrolysis residue supported eggshell catalyst," *Sci. Total Environ.*, vol. 661, pp. 316–325, 2019, doi: 10.1016/j.scitotenv.2019.01.165.
- [14] A. R. Gupta and V. K. Rathod, "Waste cooking oil and waste chicken eggshells derived solid base catalyst for the biodiesel production: Optimization and kinetics," *Waste Manag.*, vol. 79, pp. 169–178, 2018, doi: 10.1016/j.wasman.2018.07.022.
- [15] V. Volli, M. K. Purkait, and C. M. Shu, "Preparation and characterization of animal bone powder impregnated fly ash catalyst for transesterification," *Sci. Total Environ.*, vol. 669, pp. 314–321, 2019, doi: 10.1016/j.scitotenv.2019.03.080.
- [16] A. Buasri, P. Chaibundit, M. Kuboonprasert, A. Silajan, and V. Loryuenyong, "Preparation of KI-Impregnated Razor Clam Shell as a Catalyst and its Application in Biodiesel Production from *Jatropha curcas* Oil," *Key Eng. Mater.*, vol. 744, pp. 506–510, 2017, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.744.506.
- [17] P. Jaggernauth-Ali, E. John, and P. Bridgemohan, "The application of calcined marlstones as a catalyst in biodiesel production from high free fatty acid coconut oil," *Fuel*, vol. 158, no. May, pp. 372–378, 2015, doi: 10.1016/j.fuel.2015.05.022.
- [18] A. N. Amenaghawon, K. Obahiagbon, V. Isesele, and F. Usman, "Optimized biodiesel production from waste cooking oil using a functionalized bio-based heterogeneous catalyst," *Clean. Eng. Technol.*, vol. 8, no. March, p. 100501, 2022, doi: 10.1016/j.clet.2022.100501.
- [19] I. Hachoumi *et al.*, "Ensis Siliqua Shell for Removal of Cu (II), Zn (II) and Ni (II) from Aqueous Solutions: Kinetics and Isotherm Model," vol. 7928, no. Ii, 2019, doi: 10.1080/22297928.2019.1569555.