

Pengaruh Suhu Kalsinasi Dalam Pembentukan Katalis Padat CaO Dari Cangkang Keong Mas (*Pomacea canaliculata L*)

Amirul Mukminin¹, Muhammad Fajar², Selvia Sarungu¹, Irma Andrianti¹¹

¹Teknik Pengolahan Migas, STT Migas Balikpapan, Balikpapan Nama Institusi

²Teknik Pengolahan Migas, STT Migas Balikpapan, Balikpapan Nama Institusi

E-mail : amirul.mukminin@sttmigas.ac.id

Abstract

CaO as heterogeneous catalyst has been made from the snail shell (*Pomacea canaliculata L*) by The high-temperature calcination method. Each calcination was carried out at 600 ° C, 700 ° C and 900 ° C for 4 hours. X-ray diffraction results show the characteristic peak of calcium oxide (CaO) at an angle of $2\theta = 32,16^\circ$; $37,15^\circ$; $64,16^\circ$ and $67,5^\circ$, which confirmed according to the CaO standard (JCPDS No. 82-1690). Based on the data of calcination TGA mas snail shell at 900 ° C for 4 hours, it is known to be able to configure the snail shell into a CaO catalyst of 46,37% by weight. At The calcination temperatures of 600 ° C and 700 ° C for 4 hours, The CaCO₃ *calcite* yield was 11,1% by weight, and CaCO₃ *vetiret* was 2,79% by weight. SEM results indicate that the particle size of the smallest solid powder was owned by the CaO catalyst, which was 13-1,2 μm with a homogeneous distribution. The CaCO₃ *calcite* at 600°C and 700°C each had size between 2,2 mm – 2,5 μm and 1,6 mm – 1,25 μm with heterogeneous distribution.

Keywords: Snail Shell, CaO Catalyst, Heterogeneous Catalyst

Abstrak

CaO sebagai katalis heterogen telah berhasil dibuat dari cangkang keong mas (*Pomacea canaliculata L*) dengan metode kalsinasi suhu tinggi. Kalsinasi masing-masing dilakukan pada suhu 600°C, 700°C, dan 900°C selama 4 jam. Hasil difraksi sinar-X menunjukkan Puncak karakteristik kalsium oksida (CaO) pada sudut $2\theta = 32,16^\circ$; $37,15^\circ$; $64,16^\circ$ dan $67,5^\circ$, yang dikonfirmasi sesuai dengan standard CaO (JCPDS No. 82-1690). Berdasarkan data TGA kalsinasi cangkang keong mas pada suhu 900°C selama 4 jam diketahui mampu mengkonfersi cangkang keong mas menjadi katalis CaO sebanyak 46,37% berat. Pada suhu kalsiniasi 600°C dan 700°C selama 4 jam, menghasilkan CaCO₃ *kalsit* 11,1% berat, dan CaCO₃ *vetiret* 2,79% berat. Hasil SEM menunjukkan bahwa ukuran partikel serbuk padatan terkecil dimiliki oleh katalis CaO yaitu 13-1,2 μm dengan sebaran yang homogen. CaCO₃ *kalsit* pada 600°C dan

700°C masing-masing memiliki ukuran antara 2,2 mm - 2,5 µm dan 1,6 mm - 1,25 µm dengan sebaran yang heterogen.

Kata kunci: Cangkang Keong Mas, Katalis CaO, Katalis Heterogen

PENDAHULUAN

Laporan tentang penggunaan CaO sebagai katalis untuk produksi biodiesel telah banyak dilakukan. Katalis CaO disintesis dari batu kapur menggunakan amoniumkarbonat dan dikalsinasi pada suhu tinggi atau menggunakan bahan alami lain seperti cangkang telur dan moluska. Urutan aktivitas katalitik oksida kalsium untuk transesterifikasi dilaporkan berturut-turut: $\text{CaO} > \text{Ca}(\text{OH})_2 > \text{CaCO}_3$ (Noiroj dkk., 2011).

Keong mas (*Pomacea canaliculata L*) termasuk kedalam filum moluska yaitu hewan berbadan lunak yang terlindungi oleh suatu cangkang keras berwarna keemasan mengandung kalsium karbonat (Campbell dkk, 2000). Keong mas banyak didapatkan disawah atau daerah berair seperti sungai atau rawa dan merupakan hama tanaman yang sangat merugikan bagi petani. Kandungan mineral cangkang keong mas terdiri dari; kalsium (0,07% berat), fosfor (0,02% berat), dan mineral lain kurang dari 0,01% berat seperti besi, natrium, seng, kalium, dan magnesium.

Bahan yang mengandung unsur logam Ca cukup tinggi seperti keong mas (*Pomacea Canaliculata L*) sangat potensial sebagai sumber pembuatan katalis CaO karena ketersediaannya di alam cukup melimpah. Dekomposisi termal melalui metode kalsinasi pada suhu 600°C, 700°C dan 900°C, dapat merubah fasa dan struktur padatan. Selain itu, waktu kalsinasi sangat mempengaruhi pembentukan katalis CaO dari bahan cangkang keong mas.

Penelitian tentang pemanfaatan cangkang keong mas (*Pomacea Canaliculata L*) sebagai katalis basa padat telah dilaporkan sebelumnya oleh Prastyo, dkk (2011) dan Birla, dkk (2012), yang dilakukan pada suhu kalsinasi 900°C masing-masing dengan waktu selama 2 jam dan 3,5 jam. Pada laporan lain menjelaskan bahwa kalsinasi bahan kerang pada suhu 900°C selama 4 jam dapat mengkonversi semua partikel CaCO_3 menjadi CaO (Boro dkk., 2011). Oleh karena itu maka pada penelitian ini akan dipelajari karaktersitik material CaCO_3 dan CaO dari cangkang

keong mas (*Pomacea Canaliculata L*) hasil kalsinasi pada suhu 600°C, 700°C dan 900°C selama 4 jam yang masih sedikit dilaporkan.

METODA PENELITIAN

Preparasi, Kalsinasi dan Karakterisasi Cangkang Keong mas (*Pomacea canaliculata L*)

Preparasi Cangkang Keong mas (Pomacea canaliculata L)

Preparasi dimulai dengan memisahkan daging dengan cangkang, kemudian dilakukan pencucian, pengeringan pada sinar matahari selama 2 hari, penghalusan, pengayakan dengan ukuran 8-12 mesh, serta dioven selama dua hari pada suhu 110°C.

Kalsinasi Cangkang Keong mas (Pomacea canaliculata L)

Kalsinasi dilakukan menggunakan furnace. Suhu kalsinasi dikerjakan masing-masing pada suhu 600°C, 700°C, dan 900°C selama 4 jam.

Karakterisasi Cangkang Keong mas (Pomacea canaliculata L)

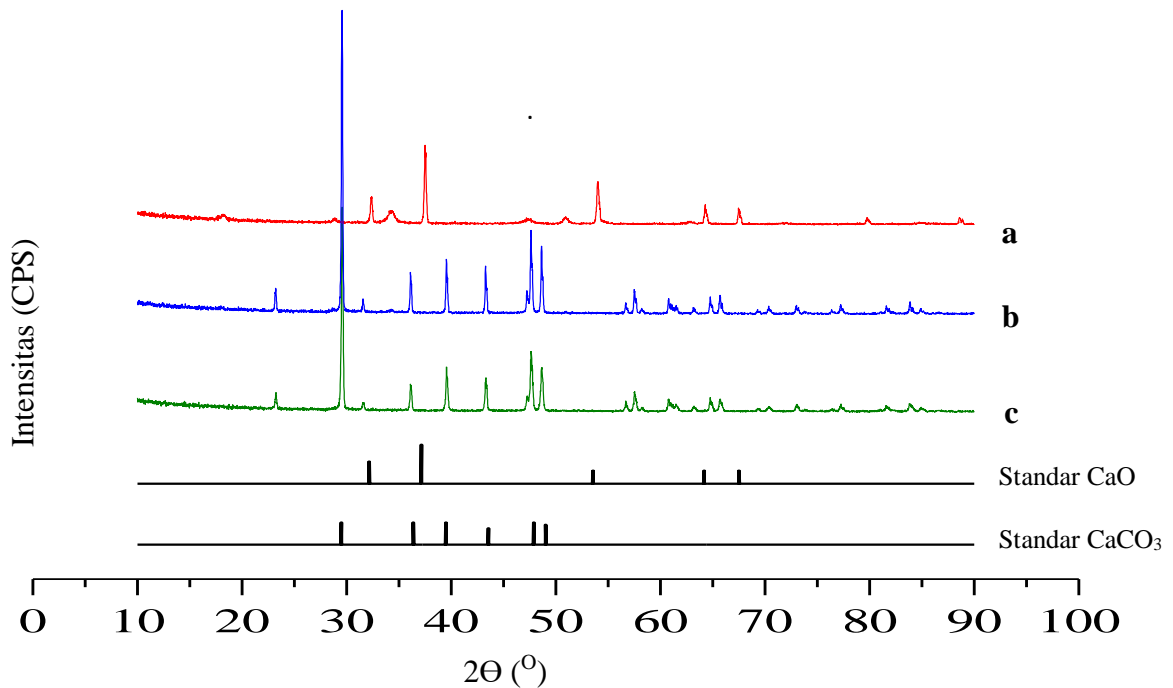
Seluruh sampel hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD serbuk (PHILIPS-binary) dengan radiasi Cu-K α = 1,54060 Å tegangan 30 mA dan 40 kV sudut operasi 2 θ 10°-89,9°, scan step 0,017° dan waktu 10,15 detik. Morfologi permukaan katalis dipelajari menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Phenom ProX Desktop), TGA/DTA (METTLER TOLEDO's) digunakan untuk analisis termal dari suhu 25°C- 1100°C laju pemanasan konstan 10°C/menit di bawah kondisi inert gas N₂.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Kalsinasi pada temperatur 900°C selama 4 jam menghasilkan warna cangkang keong mas menjadi putih dan tekstur halus, ini mengindikasikan bahwa CaO telah terbentuk. Kalsinasi yang dilakukan selama 4 jam pada temperatur 600°C dan 700°C memberikan warna keabuan dan bertekstur kasar. kondisi ini membuktikan adanya perbedaan komposisi kimia dari masing-masing sampel karena perbedaan suhu kalsinasi.

Difraksi Sinar-X (XRD)

Pola difraksi sinar-X dari abu cangkang keong mas selama 4 jam dengan variasi suhu kalsinasi masing-masing 600°C, 700°C, dan 900°C yang dicatat pada sudut $2\theta = 10^\circ - 89^\circ$ ditunjukkan pada Gambar 1.

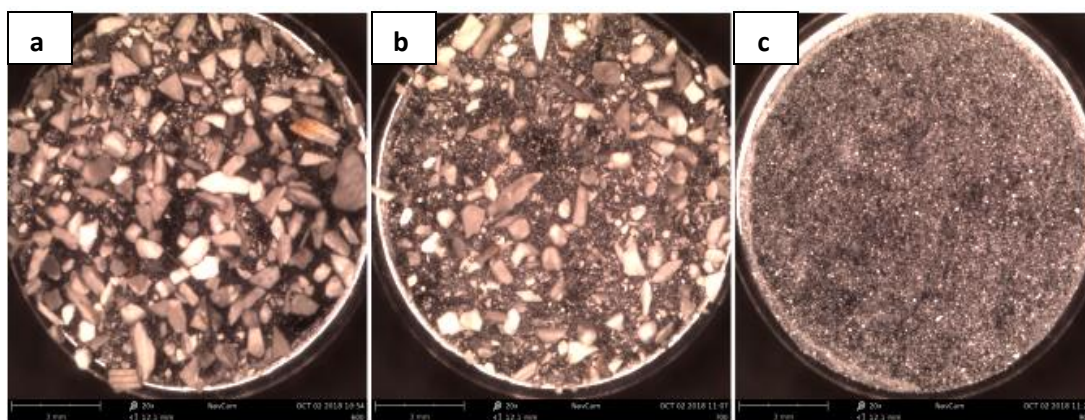


Gambar 1. Difraktogram cangkang keong mas (a) 900°C (b) 700°C, dan (c) 600°C

Gambar 1 menjelaskan bahwa pola XRD abu cangkang keong mas setelah dikalsinasi selama 4 jam dengan perbedaan suhu kalsinasi masing-masing 600°C, 700°C, dan 900°C memberikan pola difraksi yang berbeda-beda. Pada temperatur 600°C dan 700°C tampak bahwa terdapat puncak karakteristik CaCO₃ *kalsit* pada sudut 2θ : 29,47°; 36,37°; 39,48°; 43,55°; 47,87°, 49,05° dan 57,89° (JCPDS 72-1651) Akan tetapi, puncak karakteristik CaO belum muncul pada suhu ini. Puncak-puncak karakteristik CaCO₃ *veterite* berada pada 2θ : 25,444°; 30,726° (JCPDS 72-1616) masih terlihat meskipun dengan intensitas rendah. Hal ini menjelaskan bahwa kalsinasi selama 4 jam pada suhu 600°C dan 700°C belum mampu sepenuhnya merubah bentuk CaCO₃ *vetiret* ke CaCO₃ *kalsit* yang lebih stabil, hal ini sangat sesuai seperti yang telah dilaporkan oleh Boro dkk., 2011. Selain itu, sebagian puncak CaO telah muncul meskipun dengan intensitas relatif rendah pada suhu kalsinasi 700°C.

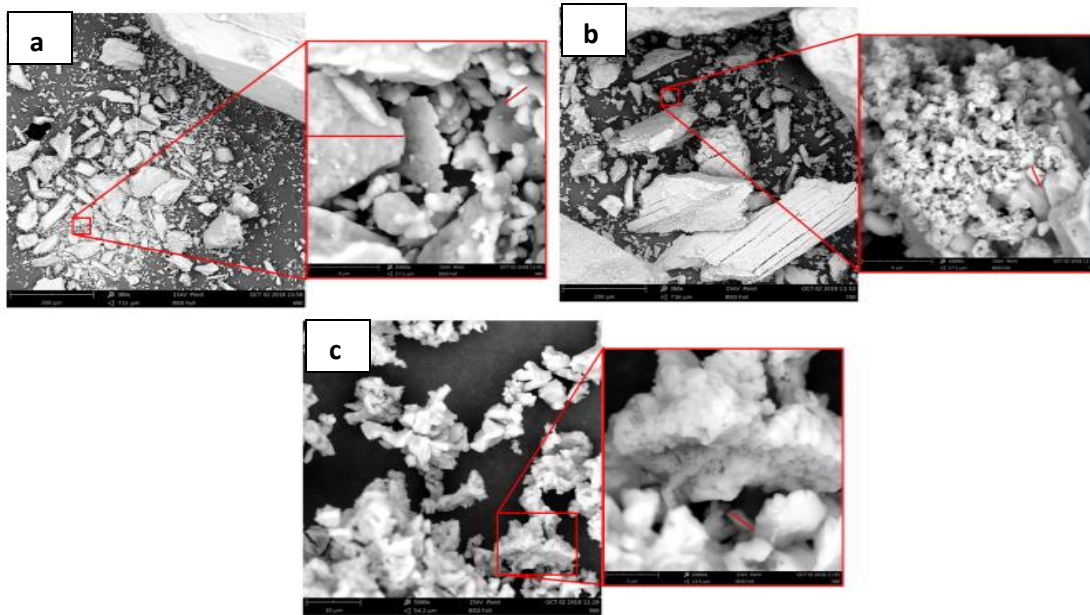
Penggunaan suhu 900°C selama 4 jam telah mampu memunculkan puncak karakteristik kalsium oksida (CaO) secara stabil didaerah sudut $2\theta = 32,16^\circ$; $37,15^\circ$; $64,16^\circ$ dan $67,5^\circ$, yang dikonfirmasi sesuai dengan standard CaO (JCPDS No. 82-1690). Puncak-puncak ini menunjukkan bahwa pada suhu 900°C sebagian besar CaCO_3 kalsit dapat terkonversi menjadi CaO. Senyawa CaCO_3 masih tersisa, namun dengan intensitas yang sangat rendah. Semua puncak karakteristik CaO menunjukkan puncak yang sempit dan tajam mengilustrasikan fasa tunggal CaO dengan kristalinitas yang tinggi (Boro dkk., 2011). Pola XRD sampel, pada suhu kalsinasi 900°C sebagai kondisi yang cocok untuk menghasilkan katalis CaO dari cangkang keong mas. Senyawa CaO terbentuk akibat dari evolusi CO_2 dari CaCO_3 pada suhu yang relatif tinggi. Temuan dalam penelitian ini menunjukkan kesamaan dengan laporan (Borodkk. 2011).

Scanning Electron Microscopy (SEM)



Gambar 2. SEM cangkang keong mas (perbesaran 20x), (a) kalsinasi 600°C 4 jam, (b) kalsinasi 700°C 4 jam, (c) kalsinasi 900°C 4 jam.

Gambar 2 menunjukkan hasil SEM cangkang keong mas pada perbesaran 20x, untuk masing-masing (a) kalsinasi 600°C 4 jam, (b) kalsinasi 700°C 4 jam, (c) kalsinasi 900°C 4 jam. Hasil ini menjelaskan bahwa perubahan keseragaman ukuran padatan dipengaruhi oleh suhu yang diberikan pada masing-masing sampel. Homogenitas ukuran paling baik terjadi pada kalsinasi 900°C. Seperti yang dijelaskan oleh pola XRD diatas bahwa pada suhu kalsinasi 900°C ini, kemurnian fasa CaO cukup tinggi dengan *impuritas* yang rendah dan tidak adanya *nois* pada puncak-puncak difragtogram XRD.

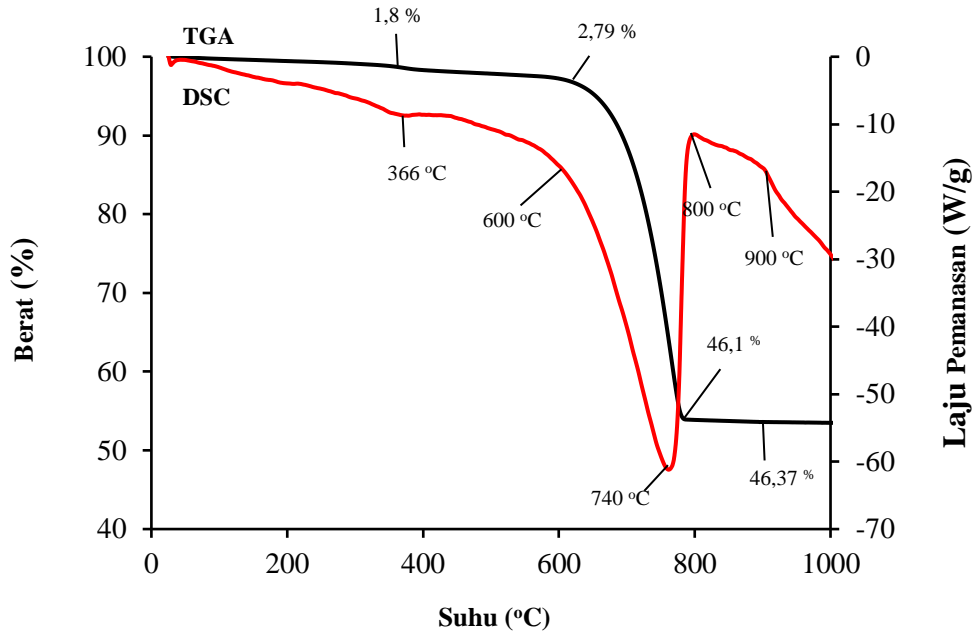


Gambar 3. SEM, Morfologi permukaan cangkang keong mas (perbesaran 380x) dan insert (10000x), (a) kalsinasi 600°C 4 jam, (b) kalsinasi 700°C 4 jam, (c) (perbesaran 5000x) dan insert (20000x) kalsinasi 900°C 4 jam

Kalsinasi suhu tinggi pada abu cangkang keong mas memberikan pengaruh terhadap ukuran, keseragaman dan morfologi permukaan masing-masing serbuk padatan hasil. Ukuran dan morfologi permukaan serbuk padatan pada kalsinasi 600°C selama 4 jam, adalah antara 2,2 mm-2,5 μm dengan morfologi sebagian berbentuk granular yang teragregasi tidak seragam. Hal ini terjadi karena fasa yang dialami oleh padatan abu cangkang keong mas masih merupakan padatan CaCO_3 *kalsit* yang belum stabil dan masih banyak pengotor. Kondisi kalsinasi 700°C selama 4 jam menghasilkan CaCO_3 *vetiret* yang memiliki kecenderungan sebaran ukuran yang tidak seragam sama dengan CaCO_3 *kalsit*, namun ukuran yang dimilikinya berkisar antara 1,6 mm-1,25 μm . Kedua fasa ini hanya memiliki perbedaan pada morfologi permukaan padatan yang berbentuk agregat padat yang lebih kecil dan padat dan berpori banyak.

Kalsinasi pada suhu 900°C 4 jam, memberikan sebaran ukuran padatan CaO yang seragam dan homogen dengan rentang ukuran antara 13 μm -1,2 μm . Morfologi yang dihasilkan juga seragam berbentuk agregat yang tersebar merata di permukaan, dan terbentuk padatan makropori. Luas permukaan CaO hasil kalsinasi cukup besar, karena ukuran serbuk padatan yang sangat kecil. Hasil yang sama juga telah dilaporkan oleh J Goli, dkk 2018, yang menggunakan kulit telur ayam sebagai sumber pembuat katalis CaO. Ukuran partikel yang lebih kecil mampu memberikan luas permukaan padatan yang besar dan berbeda dengan luas permukaan alami dari katalis (Khemthong dkk., 2012; Viriya-empikul dkk., 2012).

Thermogravimetry Analysis (TGA)



Gambar 4 Grafik Thermogravimetry Analysis (TGA) dan Differential Scanning Calorimetry (DSC) rentang suhu 30oC-1000oC abu cangkang kelomang tanpa kalsinasi laju pemanasan 5oC /menit

Dekomposisi minor tahap pertama yang terjadi antara rentang suhu 25°C sampai 100°C sebesar 0,4 % berat merupakan tahap penguapan molekul air dari permukaan padatan dan pelepasan senyawa organik penyusun abu cangkang keong mas yang merupakan reaksi eksotermis berdasarkan kurva DSC (Correia dkk., 2014). Kemudian pada tahap kedua rentang suhu 600°C sampai 780°C juga merupakan reaksi eksotermis lanjutan disertai terjadinya penurunan tajam yang mengindikasikan adanya pelepasan CO₂ yang signifikan sebesar 48,9 % berat (Mosaddegh dkk., 2013) menurut reaksi adalah sebagai berikut:



Sebanyak 46,37 % berat sampel cangkang keong mas mampu terkonfersi menjadi padatan CaO pada suhu 900°C selama 4 jam. Hasil ini memiliki kesamaan seperti yang dilaporkan oleh Prastyo dkk., 2011, dengan waktu kalsinasi 3 jam yaitu sebesar 46 % berat.

Namun perolehan ini lebih sedikit jika dibandingkan CaO yang diperoleh dari cangkang kulit telur seperti yang telah dilaporkan oleh Witoon dkk., 2011, yaitu sebesar 54 % berat .

Fraaksi lain masing-masing adalah CaCO_3 *kalsit* pada 700°C sebanyak 11,1 % berat sedangkan pada suhu lebih rendah yaitu 600°C CaCO_3 *vetiret* mampu terbentuk sebanyak 2,79 % berat. Sementara itu menurut Yoshioka, dkk 1985, *aragonit* akan berubah menjadi kalsit pada suhu $380 - 470^\circ\text{C}$. Maka, dapat diketahui bahwa nilai konfersi total fasa CaCO_3 *kalsit* pada rentang $380 - 600^\circ\text{C}$ tersebut adalah sebesar 8,94 % berat. Rincian dekomposisi sebagai fungsi suhu tersebut adalah masing-masing secara berurutan pada suhu 380°C , 470°C , 500°C , dan 600°C ialah 1,8 % berat , 2,04 % berat, 2,29% berat, dan 2,79 % berat.

Mineral CaCO_3 terdapat dalam tiga fasa yaitu *aragonit*, *veterit* dan *kalsit*., Masing-masing fasa ini memiliki sifat yang berbeda. Pada temperatur ruang kalsit merupakan fasa yang stabil, sedangkan veterit dan arogonit merupakan fasa kurang stabil (*metastabil*) yang dapat bertransformasi ke dalam fasa stabil (*kalsit*). Keberadaan fasa *aragonit* dan *vetiret* pada cangkang keong mas terjadi adalah pada suhu kurang dari 500°C dan akan berakhir pada suhu 500°C (Yoshioka, dkk 1985)

KESIMPULAN

Suhu dan waktu kalsinasi pada abu cangkang kelomang mampu menyebabkan perubahan fasa dalam pembentukan katalis CaO. Waktu kalsinasi yang tepat untuk merubah abu cangkang kelomang adalah tidak kurang dari 4 jam pada suhu 900°C

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada pemberi dana kegiatan penelitian ini melalui program hibah internal LPPM STT Migas Balikpapan tahun 2017. Program ini adalah wujud visi dari misi STT Migas Balikpapan untuk menjadi perguruan tinggi yang unggul di Kalimantan Timur.

DAFTAR PUSTAKA

- Birla, A., Singh, B., Upadhyay, S. N., & Sharma, Y. C. (2012). Kinetics studies 1 of synthesis of biodiesel from waste frying oil using a heterogeneous catalyst derived from snail shell. *Bioresource Technology*, Vol.106, hal: 95-100.
- Boro J, Thakur A.J., Deka D. (2011), Solid Oxide Derived From Waste Shells of *Turbonilla Striatula* as A Renewable Catalystfor Biodiesel Production. *Fuel Processing Technology*, Vol.92, hal: 2061–2067.
- Campbell, N. A., Reece, J. B., and Mitchell, L. G. 2000. *Filum Mollusca: Anggota filum Mollusca memiliki kaki berotot, massa visceral, dan suatu mantel*. *Biologi*. Jakarta. Erlangga. hal: 224-225.
- Correia, L. M., Saboya, R. M. A., de Sousa Campelo, N., Cecilia, J. A., Rodríguez-Castellón, E., Cavalcante, C. L., & Vieira, R. S. (2014). Characterization of calcium oxide catalysts from natural sources and their application in the transesterification of sunflower oil. *Bioresource technology*, Vol.151, hal: 207-213.
- Goli, J., and Sahu, O. (2018). Development of heterogeneous alkali catalyst from waste chicken eggshell for biodiesel production, *Renewable Energy*, hal: 8-9.
- Khemthong, P., Luadthong, C., Nualpaeng, W., Changsuwan, P., Tongprem, P., Viriya-Empikul,N., & Faungnawakij, K. (2012). Industrial eggshell wastes as the heterogeneous catalysts for microwave-assisted biodiesel production. *Catalysis Today*, Vol.190(1), hal: 112-116.
- Mosaddegh, E., & Hassankhani, A. (2013). Application and characterization of eggshell as a new biodegradable and heterogeneous catalyst in green synthesis of 7, 8-dihydro-4H-chromen-5(6H)-ones. *Catalysis Communications*, Vol.33, hal: 70-75.
- Noiroj, K., Intarapong, P., Luengnaruemitchai, A. dan Jai-In,S. (2011). A comparative study of KOH/Al₂O₃ catalysts for biodiesel production via transesterification from palm oil. *Renewable Energy*, vol. 34, hal:1145-1150.
- Prastyo, H. S, Margaretha, Y. Y., Ayucitra, A., Ismadji, S. 2011. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Menggunakan Katalis Padat dari cangkang Keong mas (*Pomacea sp*). *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Viriya-Empikul, N., Krasae, P., Nualpaeng, W., Yoosuk, B., & Faungnawakij, K. (2012). Biodiesel production over Ca-based solid catalysts derived from industrial wastes. *Fuel*, 92(1), hal: 239-244.
- Witoon, T. (2011). Characterization of calcium oxide derived from waste eggshell and its application as CO₂ sorbent. *Ceramics International*, Vol.37(8), Hal: 3291-3298.
- Yoshioka S, Kitano Y. (1985). Transformation of aragonite to calcite through heating. *Geochemical Journal*. 19: 24–249.