

JURNAL KIMIA MULAWARMAN

Metadata

IMPREGNASI DAN KARAKTERISASI K-DEOILED SPENT BLEACHING EARTH (K-DSBE) DENGAN METODE BASAH
 Arif Dwiki Saputra, Noor Hindryawati, Daniel Daniel

Tasks 3

Submission | Review | Copyediting | Production

Submission Files

1363-1 arif, Author, JURNAL.docx Article Text

Download All Files

Pre-Review Discussions

Name	From	Last Reply	Replies	Closed
	arif		0	<input type="checkbox"/>
	Dec/07			

Komentar Reviewer I

Apakah naskah/tulisan ini menarik ?

- Ya
- Tidak

Apakah topik dalam tulisan ini berisi sesuatu hal yang baru ?

- Ya
- Tidak

Orisinal tulisan bila dilihat dari kemuktahiran IPTEK dan aspek kebaruan temuan ?

- Sangat Tinggi
- Tinggi
- Sedang
- Rendah
- Sangat Rendah

Isi tulisan merupakan :

- Hasil penelitian primer/sekunder
- Tinjauan/pemikiran/ulasan

- Komunikasi Pendek

Saran/Perbaikan yang harus dilakukan penulis pada JUDUL :

Tidak ada sudah sesuai

Abstrak dan kata kunci, apakah sudah menggambarkan isi tulisan secara keseluruhan ?

- Ya
- Tidak

Saran/perbaikan yang harus dilakukan penulis pada ABSTRAK dan KATA KUNCI :

Tidak ada

Perumusan masalah dan tujuan penelitian, bila dilihat dari kejelasan pendefinisian ?

- Baik
- Cukup
- Kurang

Saran/Perbaikan yang dilakukan penulis terhadap perumusan masalah/tujuan penelitian :

Tidak ada

Metode Penelitian, bila ditinjau dari perumusan masalah dan tujuannya ?

- Baik
- Cukup
- Kurang

Kejelasan dan komprehensivitas metode/analisis dan sintesis dengan hasil pembahasan, apakah sudah menjawab permasalahan secara tuntas ?

- Sangat mendalam dan menyeluruh
- Mendalam namun tidak tuntas
- Mendalam tetapi tidak mengenai sasaran
- Tidak

Saran/perbaikan yang harus dilakukan penulis pada HASIL dan PEMBAHASAN :

Namun ada beberapa hal yang harus diperjelas. untuk mengetahui efektivitas katalis, penulis dapat menambahkan tingkat kebasaaan dari katalis dan uji

Penarikan kesimpulan dalam tulisan ini :

- Baik
- Cukup
- Kurang

Saran/perbaikan yang harus dilakukan penulis pada KESIMPULAN :

Tidak ada

Kebaruan acuan pustaka (dilihat dari tahun publikasi kurun waktu lima tahun terakhir) ?

- 1 - 5 tahun
- 1- 10 tahun
- 1 - 15 tahun

Bagaimana kesimpulan akhir tentang NASKAH ini ?

- Naskah diterima tanpa syarat
- Naskah diterima dengan sedikit revisi tanpa harus review kembali
- Naskah diterima dengan banyak revisi dan harus review kembali
- Naskah ditolak

KOMENTAR REVIEWER I

	Komentar	Respon Penulis
1	Namun ada beberapa hal yang harus diperjelas. untuk mengetahui efektivitas katalis, penulis dapat menambahkan tingkat kebasaaan dari katalis dan uji morfologi permukaan apakah terlihat adanya impregnasi?	Tingkat kebasaaan katalis telah di masukkan dan sub bab artikel dan di bahas secara kualitatif menggunakan hammet incdicator dan bezoic acid secara kuantitatif. Morfologi katalis telah di perjelas dengan menambahkan tanda adanya perubahan morfologi permukaan sebelum dan sesudah diimpregnasi

Komentar Reviewer II

Apakah naskah/tulisan ini menarik ?

- Ya
- Tidak

Apakah topik dalam tulisan ini berisi sesuatu hal yang baru ?

- Ya
- Tidak

Orisinal tulisan bila dilihat dari kemuktahiran IPTEK dan aspek kebaruan temuan ?

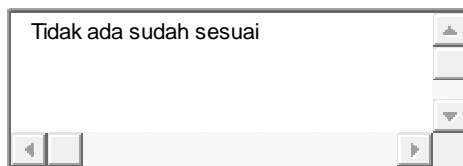
- Sangat Tinggi
- Tinggi
- Sedang
- Rendah
- Sangat Rendah

Isi tulisan merupakan :

- Hasil penelitian primer/sekunder
- Tinjauan/pemikiran/ulasan
- Komunikasi Pendek

Saran/Perbaikan yang harus dilakukan penulis pada JUDUL :

Tidak ada sudah sesuai

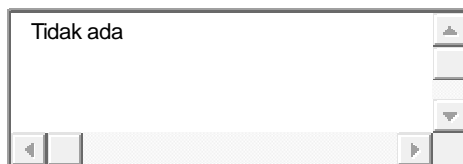


Abstrak dan kata kunci, apakah sudah menggambarkan isi tulisan secara keseluruhan ?

- Ya
- Tidak

Saran/perbaikan yang harus dilakukan penulis pada ABSTRAK dan KATA KUNCI :

Tidak ada

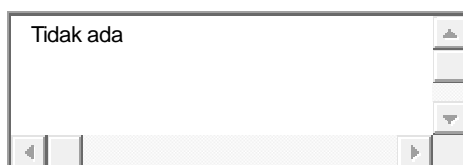


Perumusan masalah dan tujuan penelitian, bila dilihat dari kejelasan pendefinisian ?

- Baik
- Cukup
- Kurang

Saran/Perbaikan yang dilakukan penulis terhadap perumusan masalah/tujuan penelitian :

Tidak ada



Metode Penelitian, bila ditinjau dari perumusan masalah dan tujuannya ?

- Baik
- Cukup
- Kurang

Kejelasan dan komprehensivitas metode/analisis dan sintesis dengan hasil pembahasan, apakah sudah menjawab permasalahan secara tuntas ?

- Sangat mendalam dan menyeluruh

- Mendalam namun tidak tuntas
- Mendalam tetapi tidak mengenai sasaran
- Tidak

Saran/perbaikan yang harus dilakukan penulis pada HASIL dan PEMBAHASAN :

Mekanisme impregnasi perlu diperjelas dalam tulisan
typo penulisan mohon di cek kembali

Penarikan kesimpulan dalam tulisan ini :

- Baik
- Cukup
- Kurang

Saran/perbaikan yang harus dilakukan penulis pada KESIMPULAN :

Tidak ada

Kebaruan acuan pustaka (dilihat dari tahun publikasi kurun waktu lima tahun terakhir) ?

- 1 - 5 tahun
- 1- 10 tahun
- 1 - 15 tahun

Bagaimana kesimpulan akhir tentang NASKAH ini ?

- Naskah diterima tanpa syarat
- Naskah diterima dengan sedikit revisi tanpa harus review kembali
- Naskah diterima dengan banyak revisi dan harus review kembali
- Naskah ditolak

Komentar Reviewer II

no	Komentar	Respon Penulis
----	----------	----------------

1	Mekanisme impregnasi perlu diperjelas dalam tulisan	Mekanisme Reaksi sudah ditambahkan dalam pembahasan
2	typo penulisan mohon di cek kembali	Pengecekan ulang telah di lakukan

IMPREGNASI DAN KARAKTERISASI K-DEOILED SPENT BLEACHING EARTH (K-DSBE) DENGAN METODE BASAH

IMPREGNATION AND CHARACTERIZATION OF K-DEOILED SPENT BLEACHING EARTH (K-DSBE) WITH WET METHOD

Arif Dwiki Saputra*, Noor Hindryawati dan Daniel

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman

*Corresponding Author: wikikasmin79@gmail.com

ABSTRACT

In this research, KOH has been impregnated on Deoiled Spent Bleaching Earth (DSBE) with wet method as a catalyst. KOH was impregnated on DSBE of 40 % and 60 % (w/w), then characterized using X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), surface area test and alkalinity test. The XRF analysis results showed that potassium oxide composition increased after impregnation. The XRD analysis results show that DSBE belongs to the rectorite type of Na-montmorillonite, whereas the SEM analysis results indicate a morphological change in DSBE. K-DSBE catalysts 40 % and 60 % KOH impregnation have a basicity of 1.46 mmol/g and 1.55 mmol/g with a surface area of 23.81 m²/g and 23.56 m²/g.

Keywords: SBE, DSBE, Impregnation KOH, K-DSBE Catalyst

PENDAHULUAN

Pada proses *bleaching* (pemurnian) produksi CPO menghasilkan limbah berupa padatan yaitu *Spent Bleaching Earth* (SBE). SBE biasanya tidak digunakan lagi dan dibuang ke lahan kosong dimana bahan ini mudah terbakar dan masih terdapat kandungan minyak dari sisa pemurnian CPO yang dapat berdampak pada lingkungan sekitar. Berdasarkan PP No. 85 tahun 1999, SBE merupakan limbah bahan berbahaya dan beracun (limbah B3) [1]. Menurut [2] kandungan minyak dalam SBE sebesar 20 – 30 %. *Spent Bleaching Earth* (SBE) adalah campuran antara lempung dengan senyawa hidrokarbon dari CPO yang merupakan jenis mineral lempung *montmorillonite*, yang terdiri dari kristal aluminium silikat (SiO₂, Al₂O₃), air terikat, logam alkali seperti kalsium oksida (CaO), magnesium oksida (MgO) dan logam transisi lainnya seperti besi oksida (Fe₂O₃) [3].

Montmorillonite merupakan salah satu jenis mineral aluminosilikat yang banyak digunakan dalam pembuatan berbagai produk, salah satunya sebagai katalis, penyangga katalis (*catalyst support*) dan juga sebagai *reinforcement support* [4]. Untuk menjadikan SBE sebagai penyangga katalis (*catalyst support*) perlu adanya pengaktifan kembali situs aktif pada kerangka lempung *montmorillonite* dengan perlakuan asam

dan dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu tinggi (kalsinasi) [5].

Ada beberapa macam metode untuk mensintesis katalis heterogen, salah satunya yang paling banyak digunakan adalah metode impregnasi. Penelitian tentang impregnasi KOH pernah [6] yaitu impregnasi KOH/zeolit sebagai katalis. Metode impregnasi memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode sintesis katalis yang lain, yaitu proses sintesis lebih praktis, biaya yang lebih murah, keberhasilan proses lebih besar dan menghasilkan limbah yang sedikit [7].

Dengan demikian dilakukan penelitian untuk memanfaatkan SBE dari limbah CPO yang kandungan minyaknya telah dihilangkan (DSBE) dan telah diaktivasi terlebih dahulu dengan asam, kemudian diimpregnasi dengan KOH 40 % dan 60 % (b/b) menggunakan metode basah sebagai katalis.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat refluks, labu alas datar leher satu, *ultrasonicator*, *furnace*, timbangan analitik, ayakan 100 *mesh*, oven, termometer, sentrifugasi, *hot palte*, *beaker glass*, spatula, batang pengaduk, pipet tetes, pipet volume, gelas

ukur, erlenmeyer, spektrofotometer visibel, *stopwacth*, buret, statif/klem, pH universal, instrumen XRF, XRD dan SEM.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah SBE, *n*-Heksan, H₂SO₄, KOH, metanol, indikator PP, 2,4-Dinitroaniline, 4-Nitroaniline, asam benzoat, metilen biru dan aquades.

PROSEDUR PENELITIAN

Ekstraksi Minyak pada *Spent Bleaching Earth* (SBE)

Spent Bleaching Earth (SBE) yang diperoleh dari PT. Nusantara Long Ikis, Kabupaten Paser, Kalimantan Timur. Ekstraksi minyak dilakukan dengan alat *ultrasoniator* (Frekuensi 42 kHz, tegangan 235 W). SBE dioven pada suhu 110 °C selama 3 jam, kemudian dimasukkan dalam botol kecil dan ditambahkan dengan pelarut *n*-Heksan dengan perbandingan 1 : 5 (b/b) pada suhu 50 - 60 °C selama 1 jam. Hasil ekstraksi disentrifugasi pada 2000 rpm selama 5 menit. Setelah proses ini SBE akan diberi nama DSBE (*Deoiled Spent Bleaching Earth*) yang menandakan tidak ada lagi kandungan minyak pada SBE [8].

Reaktivasi *Deoiled Spent Bleaching Earth* (DSBE)

Deoiled Spent Bleaching Earth (DSBE) sebanyak ± 50 g ditimbang dan dimasukkan dalam labu alas datar leher satu. Larutan H₂SO₄ 1 N ditambahkan sebanyak 500 mL dengan perbandingan 1 : 10 (b/v), kemudian direfluks selama 2 jam pada suhu 70 °C. Campuran dipisahkan dengan cara penyaringan, kemudian DSBE yang sudah dipisahkan dicuci dengan aquades hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 3 jam [9]. Selanjutnya DSBE teraktivasi dianalisa menggunakan XRF, XRD dan SEM.

Pembuatan Katalis dengan Impregnasi KOH

Deoiled Spent Bleaching Earth (DSBE) aktivasi dihaluskan dan diayak dengan ukuran 100 *mesh*, selanjutnya DSBE aktivasi diimpregnasi dengan larutan KOH 40 % dan 60 % (b/b). Campuran direfluks pada suhu 70 - 80 °C selama 6 jam. Setelah proses impregnasi selesai, campuran dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam. Campuran yang telah kering, kemudian dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 5 jam dan diperoleh katalis K-DSBE

[10]. Selanjutnya katalis K-DSBE dianalisa menggunakan XRF, XRD dan SEM.

Karakterisasi Katalis

Komposisi senyawa penyusun katalis dianalisa menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Jenis mineral dan struktur kristanilitas dianalisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan metode Cu-K α (30 kV, 30 mA) dan 2 θ (10-80°). Bentuk morfologi permukaan katalis dianalisa menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) 15 kV dan 20 kV dengan perbesaran 20.000 kali. Luas permukaan katalis diuji menggunakan adsorpsi metilen biru, katalis sebanyak 0,1 g dikontakkan dalam 100 mL larutan metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm selama 30 menit. Selanjutnya disentrifus selama 5 menit dengan kecepatan 2.000 rpm. Filtrat yang dihasilkan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer visibel pada λ 664,53 [11]. Kekuatan kebasaaan katalis diuji dengan *Hammet indicator* yaitu *phenolphthalein* ($H_{\text{pK}} = 8,6$), 2,4-Dinitroaniline ($H_{\text{pK}} = 15$) dan 4-Nitroaniline ($H_{\text{pK}} = 18,4$). Sekitar 25 mg katalis dikocok dengan 1 mL larutan *Hammett indicator* yang diencerkan dalam 10 mL metanol dan diamkan hingga setimbang selama 2 jam [12]. Kebasaan katalis ditentukan juga dengan *benzoic acid titration*. Katalis sebanyak 1 g dicampurkan dengan 50 mL aquades, diaduk selama 1 jam dan disaring. Filtrat yang diperoleh ditambahkan 3 tetes larutan indikator PP hingga berubah warna merah muda dan dititrasi menggunakan titran asam benzoat dalam pelarut etanol (0,1 mol/L) [13].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi Minyak pada SBE

Kandungan minyak yang tinggi pada SBE akan mengganggu proses impregnasi sehingga perlu dihilangkan. Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan alat *ultrasonicator*. Sebagai pembanding dalam proses ekstraksi digunakan juga metode sokletasi sebagaimana yang dilakukan oleh [1]. Berikut ini hasil rendemen minyak yang didapat dengan ekstraksi metode *ultrasonicator* dan sokletasi pada tabel 1.

Proses ekstraksi menggunakan *ultrasonicator* menghasilkan rendemen minyak sebesar 20,12 % dengan perbandingan SBE dan pelarut 1:5 (b/v) selama 1 jam, sedangkan rendemen minyak yang hampir sama diperoleh dengan metode sokletasi dengan perbandingan SBE dan pelarut 1:10 (b/v) dengan waktu yang cukup lama. Hal ini menunjukkan bahwa ekstraksi menggunakan *ultrasonicator* memiliki

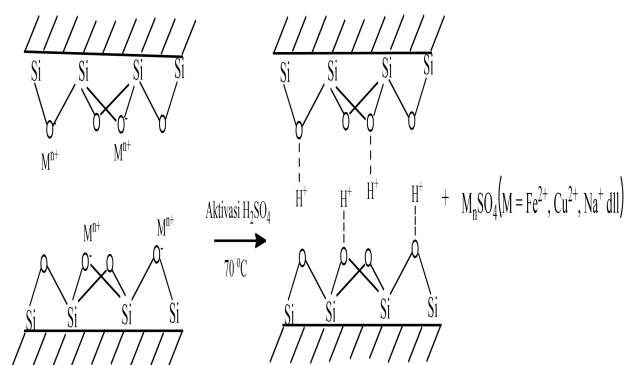
efisiensi waktu dan pelarut yang lebih sedikit dibandingkan menggunakan ekstraksi sokletasi. Hal disebabkan adanya pengaruh gelombang *ultrasonic* yang mampu meningkatkan difusi pelarut *n*-Heksan kedalam material SBE, sehingga memberikan waktu lebih cepat dan mampu menaikkan rendemen produk.

Tabel 1. Hasil rendemen minyak ekstraksi dengan ber bagai metode

% Rendemen minyak	
<i>Ultrasonic</i>	Sokletasi [1]
20,12 %	20,03 %

Aktivasi dan Impregnasi KOH pada Deoiled Spent Bleaching Earth (DSBE) dalam Pembuatan Katalis

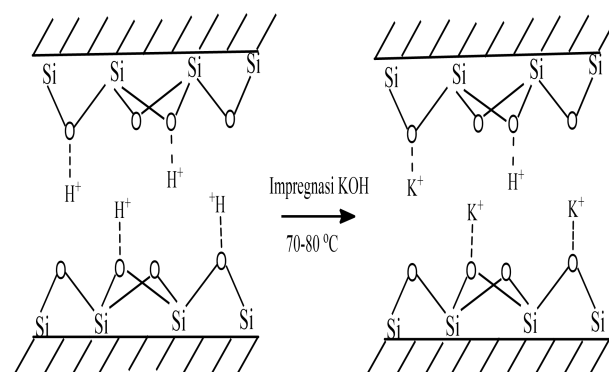
Aktivasi DSBE dilakukan dengan larutan H₂SO₄ 1 N untuk melarutkan kation logam pengotor (Fe²⁺, Cu²⁺, Ca²⁺, Na⁺ dan lainnya) yang terdapat pada *inter layer* ataupun pada permukaan DSBE. Pada proses aktivasi menyebabkan kation-kation penyeimbang muatan yang ada pada *inter layer* ataupun pada permukaan material dapat digantikan dengan ion H⁺ dari H₂SO₄ untuk menstabilkan muatan pada DSBE. Berikut ini mekanisme aktivasi DSBE dengan H₂SO₄ mengacu pada penelitian [14].



Gambar 1. Mekanisme aktivasi DSBE dengan H₂SO₄

Deoiled Spent Bleaching Earth (DSBE) yang telah teraktivasi kemudian diimpregnasi dengan KOH. Hal ini bertujuan untuk mengisi *inter layer* dan permukaan pada DSBE dengan ion K⁺ dari larutan KOH sebagai larutan logam aktif. Selama proses impregnasi dimungkinkan ion K⁺ dari larutan KOH dapat dipertukarkan

dengan ion H⁺ pada *inter layer* ataupun pada permukaan DSBE. Seperti yang dijelaskan [15] bahwa ion H⁺ dapat dipertukarkan dengan kation lain yang lebih reaktif. Sedangkan [16] menjelaskan bahwa kation-kation yang terdapat pada sisi aktif material dapat dipertukarkan sesuai dengan kemampuan pertukaran kation: Cs⁺ > K⁺ > NH₄⁺ > Na⁺ > H⁺ > Li⁺. Berikut ini dapat dilihat mekanisme impregnasi KOH pada DSBE mengacu pada penelitian [17].

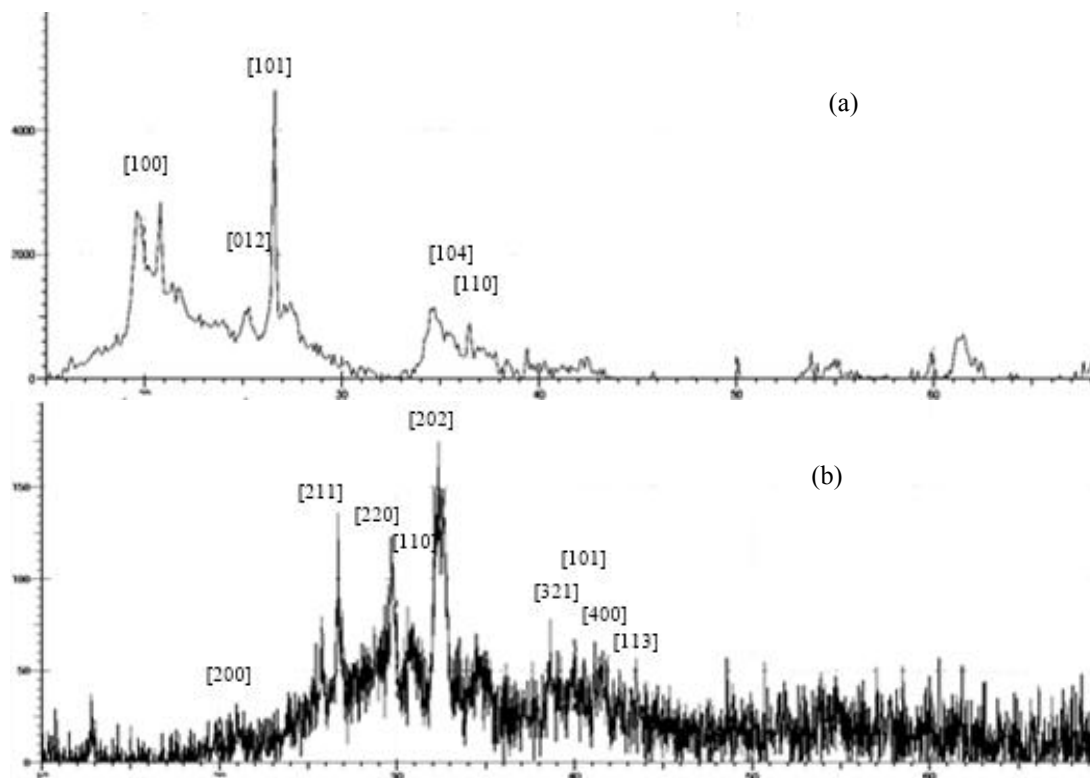


Gambar 2. Mekanisme impregnasi KOH pada DSBE

Selama impregnasi dimungkinkan juga ion H⁺ yang terdapat pada DSBE tidak semuanya dipertukarkan dengan ion K⁺ dari KOH, hal ini berdasarkan pada penjelasan [18] bahwa ion K⁺ saat impregnasi dapat terdispersi pada permukaan material, sehingga terdapat dua sisi aktif yaitu K⁺ dan H⁺. Proses selanjutnya yaitu kalsinasi pada suhu 400 °C selama 5 jam. Kalsinasi ini bertujuan untuk mengikat sisi aktif katalis menjadi lebih kuat dan tidak mudah lepas serta distribusi sisi aktif agar menyebar merata pada permukaan katalis. Hasil akhir didapatkan katalis K-DSBE berwarna abu kehitaman. Kemudian katalis dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, SEM, uji luas permukaan dan uji kebasahan.

Karakterisasi Katalis Hasil analisa XRD, XRF dan SEM

Dari gambar 3 (a) pola XRD untuk DSBE aktivasi menunjukkan puncak difraksi pada 2θ = 20,8604°, 25,2432°, 26,6069°, 35,3376° dan 36,4749° dengan nilai *hkl* [100], [012], [101], [104] dan [110] memberikan informasi bahwa yang terkandung dalam sampel tergolong jenis *rectorite*. Menurut [19] *rectorite* merupakan salah satu nama dari jenis mineral lempung *Na-montmorillonite*. Rumus molekul dari *rectorite* adalah Na₃Al₄(Si, Al)₈O₂₀(OH)₄.



Gambar 3. Hasil analisa XRD (a) DSBE aktivasi dan (b) katalis K-DSBE impregnasi

Pada gambar 3 (b) pola XRD untuk katalis K-DSBE impregnasi, hasil analisa menunjukkan adanya puncak difraksi KO_3 dengan pada $2\theta = 20,9800^\circ, 26,7363^\circ, 29,7337^\circ, 32,4664^\circ, 39,8939^\circ$ dan $41,4978^\circ$ dengan nilai hkl [200], [211], [220], [202], [321] dan [400]. Munculnya KO_3 menandakan adanya kalium pada struktur kristal DSBE. Setelah proses impregnasi derajat kristanilitas menurun menjadi 50,8358 %,

dibandingkan sebelum diimpregnasi sebesar 55,8946 %. Hal ini dikarenakan adanya kalium pada permukaan katalis sehingga derajat kristanilitasnya menurun.

Pada analisa menggunakan XRF bertujuan untuk melihat komposisi penyusun dari material sebelum dan sesudah diimpregnasi. Hasilanalisa XRF dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisa SBE, DSBE aktivasi dan K-DSBE impregnasi menggunakan XRF

Sampel	PARAMETER ANALISA (%)									
	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	SiO ₂	MnO	SO ₃	ZnO	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	CuO
SBE	28,618	21,713	3,599	29,363	0,522	2,276	0,059	13,711	0,105	0,034
DSBE Aktivasi	28,077	2,346	4,076	63,493	0,143	1,674	0,071	-	0,091	0,031
K-DSBE Impregnasi 40 %	19,477	0,339	57,253	22,593	0,097	-	0,120	-	0,093	0,028
K-DSBE Impregnasi 60 %	15,990	1,275	69,466	13,113	0,044	-	-	-	0,088	0,024

Dari table 2 terjadi peningkatan komposisi SiO₂ pada DSBE aktivasi. Peningkatan komposisi SiO₂ disebabkan karena, komposisi logam seperti Ca, Mn, Fe, Cr, Cu dan pengotor

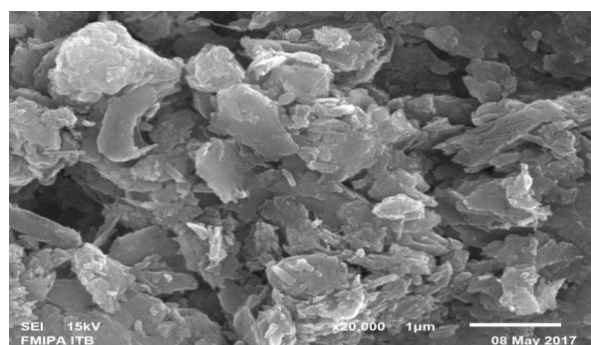
lainnya yang menempati *inter layer* dan permukaan pada material mengalami penurunan setelah aktivasi. Hal ini dikarenakan logam-logam tersebut larut dengan H₂SO₄. Dari hasil

analisa dapat diketahui tidak semua pengotor larut pada proses aktivasi dengan asam. Dalam hal ini proses aktivasi tidak cukup dengan larutan asam, melainkan juga harus ada proses kalsinasi (aktivasi fisika) agar pengotor-pengotor yang tidak sepenuhnya larut dengan asam dapat hilang dengan kalsinasi.

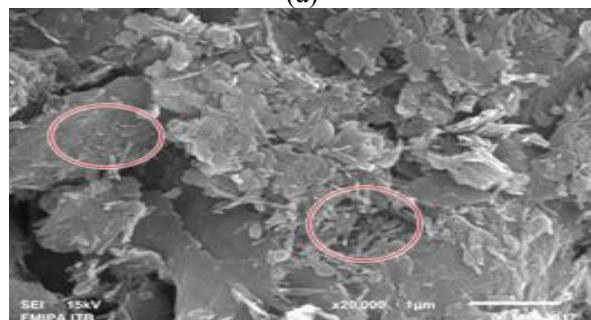
Setelah proses impregnasi komposisi K_2O meningkat dengan bertambahnya jumlah KOH yang diimpregnasi. Hal ini menunjukkan bahwa adanya peningkatan unsur kalium pada DSBE setelah proses impregnasi. Selain itu terjadi penurunan pada komposisi yang lain seperti Si, Fe, Cu, Cr, Mn, Ca dan juga ada beberapa yang hilang seperti SO_3 , ZnO dan P_2O_5 dimungkinkan hal ini disebabkan pada saat impregnasi dan kalsinasi.

Untuk mengetahui pengaruh dari impregnasi dilakukan juga karakterisasi menggunakan SEM. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada gambar 4.

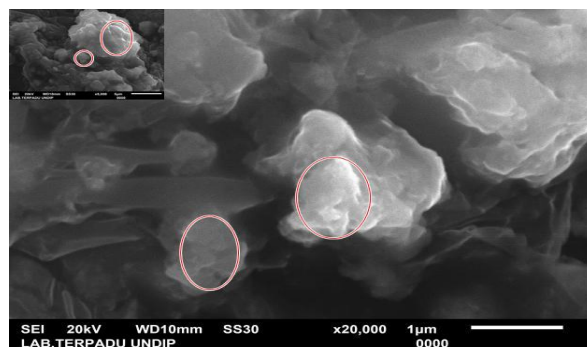
Morfologi DSBE aktivasi terlihat pada gambar 4 (a), gambar tersebut menunjukkan material berbentuk bulatan yang tidak teratur dengan ukuran yang cenderung hampir sama, terlihat rongga-rongga pada penampang permukaan DSBE aktivasi yang memungkinkan akan dimasukan logam-logam saat impregnasi berlangsung.



(a)



(b)



(c)

Gambar 4. Hasil analisa SEM (a) DSBE aktivasi, (b) K-DSBE impregnasi KOH 40 % dan (c) K-DSBE impregnasi KOH 60 %

Morfologi katalis K-DSBE impregnasi KOH 40 % dan katalis K-DSBE impregnasi KOH 60 % terlihat pada gambar 4 (b) dan (c), gambar tersebut menunjukkan adanya perubahan setelah proses impregnasi, ini terlihat dari rongga-rongga telah tertutupi oleh material baru yang diduga kalium. Pada gambar tersebut terlihat adanya garis runcing dan butiran putih yang menyebar pada permukaan, diduga garis runcing dan butiran putih tersebut adalah kalium yang terjerap pada *inter layer* dan permukaan katalis setelah proses impregnasi.

Uji Luas Permukaan

Luas permukaan katalis dilakukan dengan adsorpsi metilen biru. Hasil uji luas permukaan dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Uji luas permukaan pada DSBE aktivasi dan katalis K-DSBE impregnasi

Sampel	Luas Permukaan (m ² /g)
DSBE aktivasi	36,19
Katalis K-DSBE impregnasi KOH 40 %	23,81
Katalis K-DSBE impregnasi KOH 60 %	23,56

Dari hasil uji adsorpsi dengan metilen biru luas permukaan DSBE aktivasi cukup besar. Luas permukaan DSBE aktivasi yang besar sangat diinginkan agar kontak material dengan ion K^+ dari larutan KOH semakin banyak, sehingga banyak sisi aktif yang tersebar pada *inter layer*

dan permukaan katalis. Setelah proses impregnasi menyebabkan luas permukaan katalis K-DSBE menurun. Penurunan luas permukaan ini mengindikasikan bahwa impregnasi KOH menyebabkan terjerapnya ion K^+ pada inter layer, sehingga luas permukaannya menurun. Semakin banyak KOH yang diimpregnasikan memungkinkan semakin banyak ion K^+ yang terjerap pada *inter layer* dan permukaan katalis.

Uji Kebasaan

Kebasaan katalis ditentukan dengan uji kualitatif yaitu dengan *Hammitt indicator* dan uji kuantitatif dengan *benzoic acid titration*. Kebasaan katalis dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Kebasaan katalis K-DSBE

Sampel	K-DSBE	K-DSBE
	impregnasi KOH 40 %	impregnasi KOH 60 %
<i>Hammett indicator:</i>		
Phenolphthalein ($H_- = 8,6$)	✓	✓
2,4-Dinitroaniline ($H_- = 15$)	–	–
4-Nitroaniline ($H_- = 18,4$)	–	–
<i>Benzoic acid titration</i> (mmol/g)	1,46	1,55

Pada tabel 4 nilai kebasaan katalis K-DSBE impregnasi KOH 40 % dan 60 % pada uji *Hemmett indicator* menunjukan terjadi perubahan warna pada indikator *phenolphthalein*, sedangkan pada indikator *2,4-Dinitroaniline* dan *4-Nitroanilline* tidak menunjukkan perubahan warna. Sehingga diketahui kekuatan kebasaan katalis berada pada rentang $8,6 < H_- < 15$, yang artinya kekuatan kebasaan katalis diatas 8,6 dan tidak lebih dari 15.

Pada uji kebasaan dengan *benzoic acid titration* kebasaan katalis meningkat dengan bertambahnya KOH yang diimpregnasi. Hal ini ditunjukkan pada kebasaan katalis K-DSBE impregnasi KOH 60 % lebih tinggi dibandingkan dengan kebasaan katalis K-DSBE impregnasi KOH 40 %. Peningkatan kebasaan katalis terjadi akibat adanya situs basa yaitu ion K^+ pada katalis saat impregnasi. Semakin banyak KOH yang diimpregnasikan memungkinkan semakin banyak situs basa yang terbentuk.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan. Hasil analisa XRF menunjukkan komposisi kalium oksida meningkat setelah impregnasi. Hasil analisa XRD menunjukkan DSBE tergolong jenis *rectorite* dari jenis mineral *Na-montmorillonite*, sedangkan hasil analisa SEM menunjukkan adanya perubahan morfologi pada DSBE. Katalis K-DSBE impregnasi KOH 40 % dan 60 % memiliki kebasaan yaitu 1,46 mmol/g dan 1,55 mmol/g serta luas permukaan yaitu 23,81 m²/g dan 23,56 m²/g.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Saputra, Ade, B., Sahan, Y., dan Zahrina, I. 2013. Recovery Minyak dari Spent Bleaching Earth (SBE). *Jurnal Teknik Kimia*.
- [2] Kheang, L. S., Cheng S. F., Choo Y. M., dan Ma, A. N. 2006. A Study of Residual Oils Recovery from Spent Bleaching Earth: Their Characteristics and Applications. *American Journal of Applied Sciences*, 3(10), 2063–2067.
- [3] Tsai W. T., Chen H. P., Hsieh, M. F., Sun H. F., dan Chien, S. F. 2002. Regeneration of Spent Bleaching Earth by Pyrolysis in a Rotary Furnace. *Journal Analy and Apply Pyrolysis*, 63, 157–170.
- [4] Utracki, L., dan Kamal, M. R. 2002. Clay Containing Polymeric Nanocomposite. *The Arabian Journal for Science and Engineering*, 27, 43–67.
- [5] Suryani, A., Pari, G., dan Aswad, A. 2015. Proses Reaktivasi Tanah Pemucat Bekas sebagai Adsorben untuk Pemurnian Minyak Sawit Kasar dan Biodiesel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, 25(1), 52–67.
- [6] Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., Soetaredjo, F. E., dan Ismadji, S. 2013. Natural Zeolite from Pacitan Indonesia, as Catalyst Support for Transesterification of Palm Oil. *Aplied Clay Science*, 74, 121-126.
- [7] Munnik, P., Jongh, P. E., dan Jong, K. P. 2015. Recent Developments in The Synthesis of Supported Catalyst. American Chemical Society. *American Chemical Society*, 6687–6718.
- [8] Maniam, G. P., Hindryawati, N., Nurfitri, I., Jose, R., Rahim, M. H., Dahlan, F. A., dan Yusoff, M. M. 2013. Decenter Cake as a Feedstock For Biodiesel Production: A First Report. *Energy Conversion and Managemant*, 76, 527–532.

- [9] Tanjaya, A., Sudono, Indraswati, N., dan Ismadji, S. 2005. Pembuatan Bleaching Earth dari Bentonit Pacitan dengan Aktivasi Asam. *Jurnal Teknik Kimia*, 2-6.
- [10] Soetaredjo, F. E., Ayucitra, A., Ismadji, S., dan Maukar, A. L. 2010. KOH/Bentonit Catalysts for Transesterification of Palm Oil to Biodiesel. *Applied clay science*, 53, 341-346.
- [11] Laili, R., Nurhayati dan Muhdarina. 2014. Karakterisasi Lempung Cengger Aktivasi KOH Kalsinasi pada 300 °C. *JOM FMIPA*, 1(2), 67-77.
- [12] Watkins, R. S., Lee, A. F., dan Wilson, K. 2004. *Li-CaO Catalysed Tri-glyceride Transesterification for Biodiesel Applications*. *Green Chemistry*, 6 (7), 335-340.
- [13] Fanny, W. A., Subagjo dan Prakoso, T. 2012. Pengembangan Katalis Kalsium Oksida Untuk Sintesis Biodiesel. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 11 (2), 66-73.
- [14] Banon, C. Dan Suharto. 2008. Adsorpsi Amoniak oleh Adsorben Zeolit Alam yang Diaktivasi dengan Larutan Amonium Nitrat. *Jurnal Garadien*, 22, 38-43.
- [15] Miller, W. S. 2009. *Understanding Ion-Exchange Resins for Water Treatment System*. GE Water dan Proses Technologies, pp.1-13.
- [16] Hussain, A. 2000. Penentuan Kapasitas dan Jenis Penyerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Journal of Analitical Sciences*, 7, 69-79.
- [17] Intarapong, P., Iangthararata, S., Phantonga, P., Luengnaruemitchai, A., dan Jai-in, A. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/Mordenite for transesterification of Plam Oil. *Journal of Eneergy Chemistry*, 22, 690-700.
- [18] Alfian, M. L. 2017. *Variasi Penambahan Komposit Fotokatalis TiO₂ Anatas K₂O/Zeolit pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Jarak untuk Pembuatan Biodiesel*. Skripsi. Fmipa Kimia: UIN Malang.
- [19] Wang, Y., Zhang, H., Yang, J., dan Zhang, L. 2005. Preparation, Structure and Properties of a Novel Rectorite/Styrene-Butadiene Copolymer Nanocomposite. *Journal of Applied Polymer Science*, 96, 324-328.