



---

**SKRIPSI**

**AKTIVASI BENTONITE PACITAN DENGAN ASAM  
KLORIDA DAN PERFORMANYA SEBAGAI ADSORBEN  
UNTUK PEMUCATAN CPO (*CRUDE PALM OIL*)**

**KUKUH DWI SAPUTRO**

**NRP 012 1 15 40000 036**

**Dosen Pembimbing:**

**Dr. Djoko Hartanto, M.Si.**

**DEPARTEMEN KIMIA**

**FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA**

**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**

**SURABAYA**

**2020**



---

## **SCRIPT**

**ACTIVATION OF PACITAN BENTONITE BY  
HYDROCHLORIC ACID AND ITS PERFORMANCE AS  
ADSORBEN FOR BLEACHING OF CPO (CRUDE PALM  
OIL)**

**KUKUH DWI SAPUTRO  
NRP 012 1 15 40000 036**

**Advisor Lecturer:  
Dr. Djoko Hartanto, M.Si.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF SCIENCE AND DATA ANALYTICS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2020**

**AKTIVASI BENTONITE PACITAN DENGAN ASAM  
KLORIDA DAN PERFORMANYA SEBAGAI ADSORBEN  
UNTUK PEMUCATAN CPO (*CRUDE PALM OIL*)**

**SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan program S-1  
Departemen Kimia  
Fakultas Sains dan Analitika Data  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**KUKUH DWI SAPUTRO**  
**NRP. 012 1 15 4000 0036**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2020**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**AKTIVASI BENTONITE PACITAN DENGAN ASAM  
KLORIDA DAN PERFORMANYA SEBAGAI ADSORBEN  
UNTUK PEMUCATAN CPO (*CRUDE PALM OIL*)**

**SKRIPSI**

Oleh :

**KUKUH DWI SAPUTRO**  
**NRP. 012 1 15 40000 036**

Surabaya, 15 Januari 2020

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing

**Dr. Djoko Hartanto, M.Si.**  
**NIP. 19621028 198803 1 003**



Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia

**Prof. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**  
**NIP. 19740428 199802 1 001**

*Karya ini dipersembahkan untuk  
Alm. Ayah, Ibu dan kakakku  
Bapak Djoko selaku Dosen Pembimbing  
Dan semua pihak yang telah membantu selesainya naskah ini  
dimanapun mereka berada*

# **AKTIVASI BENTONITE PACITAN DENGAN ASAM KLORIDA DAN PERFORMANYA SEBAGAI ADSORBEN UNTUK PEMUCATAN CPO (*CRUDE PALM OIL*)**

Nama : Kuku Dwi Saputro  
NRP : 01211540000036  
Departemen : Kimia  
Pembimbing : Dr. Djoko Hartanto, M.Si.

## **ABSTRAK**

Aktivasi bentonit dengan metode sederhana, ekonomis, ramah lingkungan, dan cepat dipelajari untuk menghasilkan kualitas bentonit teraktivasi asam yang baik dan berhasil dibuat dengan material bahan baku bentonit berasal dari Pacitan dan HCl. Analisa XRF menunjukkan bahwa terjadi penurunan kation  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dalam *interlayer* akibat adanya perlakuan dengan asam klorida, sehingga persentase  $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{K}^{+}$  mengalami kenaikan. Analisa XRD menunjukkan bahwa kedua bahan baku bentonit memiliki komponen utama berupa *montmorillonite*. Luas permukaan spesifik mengalami peningkatan sebelum dan sesudah aktivasi. Untuk sampel dengan bentonit yang telah melalui proses pemisahan, peningkatan luas permukaan masing-masing sebesar 89,003  $\text{m}^2/\text{g}$  dan 441,946  $\text{m}^2/\text{g}$ . Material sebelum perlakuan dengan asam lebih pejal daripada material setelah perlakuan dengan asam diamati menggunakan SEM. Performa *bleaching* terbaik diraih pada sampel bentonit teraktivasi yang telah dipisahkan dengan perbandingan massa dan volume asam sebesar 10:30 dibandingkan dengan material komersial.

**Kata kunci:** *Aktivasi Bentonit, Montmorillonite, CPO, Bleaching, HCl.*

**ACTIVATION OF PACITAN BENTONITE BY  
HYDROCHLORIC ACID AND ITS PERFORMANCE AS  
ADSORBEN FOR BLEACHING OF CPO (*CRUDE PALM  
OIL*)**

Name : Kukuh Dwi Saputro  
Student No. : 0121154000036  
Departement : Kimia  
Advisor : Dr. Djoko Hartanto, M.Si.

**ABSTRACT**

Bentonite activation in a simple, economical, environmentally friendly and quickly studied to produce good quality acid activated bentonite and it is successfully made with bentonite as raw material derived from Pacitan. XRF analysis shows that there is a decrease in cations  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  in the interlayer due to treatment with HCl, so the percentage of  $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$  and  $\text{K}^{+}$  has increased. XRD analysis shows that the two raw materials of bentonite have a major component in the form of montmorillonite. Specific surface area has increased, before and after activation. For samples with bentonite through by separation process, the increase in surface area is 89,003  $\text{m}^2/\text{g}$  and 441,946  $\text{m}^2/\text{g}$ , respectively. Material before treatment with acid is more solid than material after treatment with acid was observed using SEM. The best bleaching performance was achieved in activated bentonite samples which had been separated by a mass ratio and acid volume of 10:30 compared to commercial material.

***Kata kunci:*** *Bentonite Activation, Montmorillonite, CPO, Bleaching, HCl*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan Tugas Akhir yang berjudul “**Aktivasi Bentonite Pacitan Dengan Asam Klorida Dan Performanya Sebagai Adsorben Untuk Pemucatan Cpo (*Crude Palm Oil*)**”. Tulisan ini dapat terwujud berkat bimbingan, bantuan, dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si. selaku Dosen Pembimbing dan Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi Departemen Kimia ITS yang senantiasa memberikan motivasi dan bimbingan selama proses penelitian dan penulisan naskah.
2. Prof. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si. selaku Kepala Departemen Kimia yang telah membantu secara administrasi
3. Bapak Dr. Hendro Juwono, M.Si. selaku dosen wali atas semua pengarahannya.
4. Alm. Ayah atas segala semangat, cinta, dan cita-cita yang ditanamkan, serta Ibu dan kakak yang selalu memberi dukungan dan doa.
5. Devi Lestari, Binaria, Agung, Ika Fitri, Trivena, Ade Irma, Yuda Dwi Pratama, dan rekan-rekan Laboratorium Kimia Material dan Energi Departemen Kimia ITS yang telah memberikan semangat, bantuan dan dukungan dalam penelitian ini.
6. Teman-teman mahasiswa Kimia ITS angkatan 2015 yang selalu memberikan semangat dan dukungan untuk mengerjakan naskah Tugas Akhir ini.
7. Semua pihak yang telah membantu, yang tidak mungkin penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa naskah Tugas Akhir ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga Tugas Akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 15 Januari 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

SKRIPSI .....	i
SCRIPT .....	ii
ABSTRAK .....	vi
ABSTRACT .....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1    Latar Belakang.....	1
1.2    Rumusan Masalah .....	5
1.3    Tujuan Penelitian.....	7
1.4    Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI .....	9
2.1    Crude Palm Oil (CPO).....	9
2.1.1    Tentang Crude Palm Oil.....	10
2.1.2    Komposisi dan Sifat Crude Palm Oil .....	11
2.1.3    Karakteristik Fisik <i>Crude Palm Oil</i> .....	13
2.1.4    Komponen Minor <i>Crude Palm Oil</i> .....	14
2.2    Bentonit .....	15
2.2.1    Aktivasi Bentonit ( <i>Bleaching Earth</i> ).....	19
2.2.2    Proses <i>Bleaching</i> .....	22
2.3    Karakterisasi .....	25
2.3.1 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> .....	25
2.3.2    X-Ray Diffraction (XRD).....	30
2.3.3    Mikroskop Elektron .....	35
2.3.4    Adsorpsi Desorpsi Isotermis Nitrogen.....	39
2.3.5    Spektrofotometri UV-Vis .....	44
BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	49
3.1    Alat dan Bahan .....	49
3.1.1    Alat .....	49

3.1.2	Bahan.....	50
3.2	Metode Penelitian.....	50
3.2.1	Standarisasi Asam Klorida .....	50
3.2.2	Aktivasi Bentonit dengan Asam Klorida.....	51
3.2.3	Prosess <i>Bleaching</i> atau Pemucatan <i>Crude Palm Oil</i> (CPO) .....	52
3.3	Karakterisasi Material dan Hasil <i>Bleaching</i> CPO .....	53
3.3.1	X-Ray Fluorescence (XRF).....	53
3.3.2	X-Ray Diffraction (XRD).....	53
3.3.3	Adsorpsi-Desorpsi Isotermis Nitrogen .....	54
3.3.4	Scanning Electron Microscopy (SEM).....	54
3.3.5	Spektrofotometri UV-Vis .....	55
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		57
4.1	Pembuatan Material <i>Bleaching Earth</i> .....	57
4.2	Analisa Material <i>Bleaching Earth</i> .....	60
4.2.1	Analisa Material Menggunakan Uji <i>X-Ray</i> <i>Fluorescence</i> (XRF).....	60
4.2.2	Analisa <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	61
4.2.3	Karakteristik Luas Permukaan BET.....	64
4.2.4	Morfologi Material Menggunakan <i>Scanning</i> <i>Electron Microscopy</i> (SEM) .....	67
4.3	Analisa Kemampuan <i>Bleaching</i> .....	69
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....		75
5.1	Kesimpulan.....	75
5.2	Saran.....	76
DAFTAR PUSTAKA.....		77
LAMPIRAN .....		85
BIODATA PENULIS.....		109

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Struktur dari $\beta$ -carotene.....	15
<b>Gambar 2.2</b> Sketsa diagram dari struktur montmorillonite.....	17
<b>Gambar 2.3</b> Skema Reaksi Aktivasi Bentonit dengan Asam.....	20
<b>Gambar 2.4</b> Skema Aktivasi Bentonit dengan Asam pada Tahap Lanjut.....	21
<b>Gambar 2.5</b> Struktur ideal dari montmorillonite teraktivasi asam sebagaimana dipostulatkan oleh Thimas, Hickey, dan Stecker (1950) .....	22
<b>Gambar 2.6</b> Elektron Tereksitasi Ke Luar .....	28
<b>Gambar 2.7</b> Pengisian Kekosongan Elektron .....	28
<b>Gambar 2.8</b> Pelepasan Energi .....	29
<b>Gambar 2.9</b> Contoh Hasil Analisa XRF pada Material Bentonit Teraktivasi Asam.....	29
<b>Gambar 2.10</b> Terbentuknya $K_{\alpha}$ dan $K_{\beta}$ .....	30
<b>Gambar 2.11</b> Skema alat difraksi Sinar-X (Wright, 1993). .....	31
<b>Gambar 2.12</b> Ilustrasi dari dua bidang yang sejajar. Gangguan konstruktif terjadi ketika adanya perbedaan jalur ( $QA_2 + A_2R = 2d_{hkl} \sin \theta$ ) dari gelombang yang dipantulkan sama dengan jumlah integral panjang gelombang (Gilfrich, 1997). .....	32
<b>Gambar 2.13</b> Berbagai konfigurasi dari difraktometer Bragg-Brentano (Jenkins, 2006).....	33
<b>Gambar 2.14</b> Karakteristik puncak XRD dari montmorillonite. 34	
<b>Gambar 2.15</b> Skema Scanning Electron Microscopy (SEM).....	35
<b>Gambar 2.16</b> Skema Hibridisasi Transmission Electron Microscopy (TEM).....	36
<b>Gambar 2.17</b> Skema yang Menyajikan Sinyal Ketika Elektron Berinteraksi dengan Suatu Material pada Mikroskop Elektron....	37
<b>Gambar 2.18</b> Skema Sistem Energi Dispersive Spectrometry (EDS).....	38
<b>Gambar 2.19</b> Morfologi permukaan <i>montmorillonite</i> yang diambil menggunakan citra SEM (Murray, 2006).....	39

<b>Gambar 2.20</b> Grafik tipe isothermal adsorpsi berdasarkan klasifikasi IUPAC (Burwell, 2013).....	42
<b>Gambar 2.21</b> Hasil analisa Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen pada sampel bentonit teraktivasi asam (Jeenpadiphat dan Tungasmita, 2013).....	44
<b>Gambar 4.1</b> Proses aktivasi bentonit, (a) Pengadukan bentonit dengan asam klorida dan (b) Proses dekantasi.....	59
<b>Gambar 4.2</b> Material (a) Bentonit sebelum aktivasi dan (b) Bentonit setelah aktivasi.....	59
<b>Gambar 4.3</b> Difraktogram X-Ray dari Bentonit Baku Pacitan dan Bentonit Teraktivasi Asam Klorida (a) Sudah Dipisahkan dan (b) Belum Dipisahkan. ....	62
<b>Gambar 4.4</b> Kurva Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen dari sampel A30 (—■—) dan B30 (—■—).....	65
<b>Gambar 4.5</b> Citra SEM pada material bentonit yang telah dipisahkan sebelum aktivasi (a) A pada perbesaran 10.000 kali, (b) A pada perbesaran 20.000 kali, dan bentonit setelah aktivasi (c) A30 pada perbesaran 10.000 kali, serta (d) A30 pada perbesaran 20.000 kali. ....	68
<b>Gambar 4.6</b> Citra SEM pada material bentonit tanpa pemisahan sebelum aktivasi (a) B pada perbesaran 10.000 kali, (b) B pada perbesaran 20.000 kali, dan bentonit setelah aktivasi (c) B30 pada perbesaran 10.000 kali, serta (d) B30 pada perbesaran 20.000 kali. ....	69
<b>Gambar 4.7</b> Proses (a) Bleaching dan (b) Penyaringan .....	70
<b>Gambar 4.8</b> Hasil performa bleaching pada CPO dengan material bentonit teraktivasi pada (a) Variasi waktu pembuatan bentonit teraktivasi, (b) Jenis bentonit yang belum melalui proses pemisahan, dan (c) Jenis bentonit yang melalui proses aktivasi .	71
<b>Gambar 4.9</b> Spektra absorpsi dari proses bleaching pada CPO .	73

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Komposisi asam lemak dan trigliserida pada Crude Palm Oil.....	12
<b>Tabel 2.2</b> Sifat Fisokimia Crude Palm Oil.....	14
<b>Tabel 4.1</b> Hasil analisa XRF, dinyatakan dalam bentuk oksida (%)......	61
<b>Tabel 4.2</b> Data luas permukaan BET, volume pori total, dan diameter rata-rata pori dari material A, A30, B, dan B30. ....	66
<b>Tabel 4.3</b> Efisiensi bleaching pada CPO menggunakan bentonit teraktivasi Asam. ....	72

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

*Crude Palm Oil* (CPO) atau Minyak Sawit Mentah merupakan salah satu komoditas andalan pertanian di Indonesia. Produksi CPO di Indonesia mengalami peningkatan yang tajam pada tahun 2016 sebesar 53,28 persen dari tahun 2015. Berdasarkan status pengusahaannya, pada tahun 2016 sebesar 57,24 persen dari produksi CPO atau 18,02 juta ton minyak sawit mentah berasal dari perkebunan besar swasta, sebesar 36,76 persen atau 11,58 juta ton dari perkebunan rakyat dan 6,0 persen atau 1,89 juta ton berasal dari perkebunan besar negara (Badan Pusat Statistik, 2018).

Kebutuhan CPO dalam industri bahan pangan, seperti minyak goreng, margarin, dan lain sebagainya sangatlah besar. Di dalam pengolahan minyak sawit, CPO mengalami beberapa proses sebelum menjadi minyak komersial yang dapat dikonsumsi. Salah satu tahapan yang harus dilakukan dalam proses industri minyak sawit adalah pemucatan (*bleaching*). Tahapan tersebut dilakukan karena CPO tersusun atas trigliserida sebagai komponen utama. Selain trigliserida, komponen lain dalam CPO adalah zat warna alami berupa karoten, sehingga menghasilkan warna jingga kemerahan dengan intensitas warna yang kuat pada CPO. Untuk mengurangi intensitas warna tersebut serta mengurangi komponen-komponen yang tidak diinginkan

pada CPO seperti logam berat, dan pengotor lain maka dilakukan proses *bleaching* (Lin, 2011).

Proses *bleaching* minyak nabati dapat dilakukan dengan beberapa cara, diantaranya adalah dengan proses hidrogenasi, penambahan pelarut, pemanasan, hingga adsorpsi (Bahri, 2014). Adsorpsi merupakan cara yang banyak dilakukan untuk mengurangi zat warna yang terkandung berupa karoten serta klorofil, dan komponen lain yang dalam CPO selama proses pemurnian seperti logam berat dan fosfatida (Boukerroui dan Ouali, 2002). Adsorben yang umum digunakan dalam pemurnian serta pengurangan zat warna adalah *Bleaching Earth* (BE) yang teraktivasi (Du et al., 2006; Park dan Mori, 2005).

Bentonit merupakan salah satu bahan baku utama yang dapat digunakan sebagai *bleaching earth* melalui aktivasi pada kondisi asam. Asam sulfat maupun asam klorida merupakan mineral asam yang umumnya dipakai untuk mengaktivasi bentonit di bawah kondisi pemanasan selama beberapa jam. Proses aktivasi dengan asam ini melibatkan serangkaian reaksi kimia yang kompleks, sehingga menghasilkan permukaan mineral lempung yang terprotonasi dan meningkatkan luas permukaan yang spesifik dari 40-60 menjadi sekitar 200 m<sup>2</sup> per gram bentonit teraktivasi yang telah dikeringkan (Hymore, 1996).

Bentonit adalah sejenis mineral lempung yang pada dasarnya terdiri dari *montmorillonite*. Umumnya bentonit diklasifikasikan menjadi jenis natrium (Na) atau kalsium (Ca), tergantung pada ion dominan yang dapat ditukar

(Hassan dan Abdel-Khalek, 1998). Bentonit merupakan mineral alumina silikat hidrat yang termasuk dalam pilosilikat atau silikat berlapis yang terdiri dari jaringan tetrahedral  $(\text{SiO}_4)^{2-}$  yang terjalin dalam bidang tak hingga membentuk jaringan anion  $(\text{SiO}_3)^{2-}$  dengan rasio Si/O sebesar 2/5. Rumus kimia umum pada bentonit adalah  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (Bahri, 2014).

Mekanisme aktivasi bentonit menggunakan asam sulfat telah dipelajari dengan variasi luas permukaannya (Babaki et al., 2008). Menariknya, proses *bleaching* maksimum tidak dicapai pada luas permukaan tertinggi dari bentonit teraktivasi asam. Efektivitas *bleaching* sangat bergantung pada komposisi bahan baku bentonit dan jenis minyak yang akan dilakukan proses *bleaching*. Pada beberapa penelitian yang berhubungan dengan proses *bleaching* pada minyak kapas menggunakan bentonit dari Turki menunjukkan bahwa waktu aktivasi, rasio S/L dan kelembaman bentonit memiliki efek yang positif, sedangkan konsentrasi asam memiliki efek yang negatif (Kirali dan Laçin, 2006).

Aktivasi bentonit dengan menggunakan asam klorida telah dipelajari dengan variasi konsentrasi asam. Bentonit yang digunakan merupakan material yang berasal dari Pacitan. Dalam penelitian tersebut, konsentrasi asam pada kisaran 1-5 N mengalami peningkatan kadar Si dan Al, serta kemampuan yang meningkat pada proses *bleaching*. Hasil *bleaching* optimum didapatkan pada konsentrasi asam klorida sebesar 5 N dengan pH 4, dan kadar Si 27,583% serta kadar Al 6,312%. Menariknya, semakin pekat konsentrasi memperlihatkan karakteristik yang

berbeda, yakni pada konsentrasi lebih dari 5 N terjadi penurunan pada kadar Al dan Si serta menurunnya kemampuan adsorpsi pada proses *bleaching* (Tanjaya et al., 2007).

Metode sederhana, ekonomis, bebas racun, ramah lingkungan, dan cepat dipelajari untuk menghasilkan kualitas bentonit teraktivasi asam yang baik. Salah satu cara yang digunakan dalam pembuatan bentonit teraktivasi adalah dengan mereaksikan bahan baku berupa bentonit dengan asam klorida pada suhu ruang tanpa proses pemanasan. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa terjadi peningkatan luas permukaan, dan berpotensi untuk dapat digunakan sebagai adsorben ion-ion logam berat dan senyawa-senyawa lain yang tidak diinginkan (Al-Essa, 2018).

Banyak penelitian yang telah dicapai untuk menghasilkan material yang baik untuk digunakan pada proses *bleaching*. Studi serupa yang didesain menunjukkan bahwa metode-metode yang ada sangat efektif, tepat dan cukup akurat untuk mengoptimalkan kinerja *bleaching earth* di berbagai aplikasi. Dari serangkaian proses yang telah dicapai, beberapa diantaranya memerlukan peralatan yang relatif lebih mahal dan memerlukan energi yang besar untuk menghasilkan material dengan kapasitas adsorpsi yang baik (Foletto et al., 2011; Wu et al., 2006). Namun beberapa tahapan yang lebih mudah dengan energi yang rendah serta biaya yang relatif lebih ringan juga telah dilakukan (Al-Essa, 2018).

Dalam penelitian ini digunakan asam klorida dan dua jenis bentonit yang berbeda. Pemilihan asam klorida didasarkan pada efektifitas dalam proses *bleaching*, yakni dihasilkan material yang mampu mengadsorpsi lebih baik dibandingkan asam lain seperti asam sulfat (Tanjaya et al., 2007). Konsentrasi yang optimum telah dicapai pada penelitian sebelumnya sehingga konsentrasi menjadi variabel tetap dalam penelitian ini (Tanjaya et al., 2007). Aktivasi bentonit dengan asam klorida diujikan pada proses *bleaching* untuk CPO, dan kapasitas adsorpsi dibandingkan melalui dua jenis bentonit yang berbeda, yakni bentonit yang telah diproses pada pabrik serta bentonit hasil tambang secara langsung. Studi perbandingan dapat mengetahui pemisahan optimum pada bahan baku bentonit yang ditambang secara langsung.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Kemajuan yang pesat telah terjadi pada proses *bleaching* untuk minyak sawit mentah. *Bleaching earth* telah menjadi solusi selama bertahun-tahun untuk menghasilkan minyak sawit dengan kualitas terbaik. Bahan baku utama dalam pembuatan *bleaching earth* yakni bentonit tersebar di beberapa wilayah di Indonesia. Kekayaan alam dan material merupakan landasan dasar dalam penelitian ini untuk menghasilkan material yang mampu menurunkan komponen yang tidak diinginkan dalam minyak sawit mentah dengan kondisi optimum dengan biaya yang relatif lebih murah.

Berbagai pertimbangan yang relevan telah dilakukan untuk mengaktivasi bentonit dengan asam. Asam yang

umumnya digunakan adalah asam sulfat dan asam klorida. Meskipun demikian, asam sulfat dinilai kurang efektif dalam mengaktivasi bentonit. Hal tersebut terjadi karena kemampuan absorpsi material yang dihasilkan relatif lebih rendah dari asam klorida pada konsentrasi yang sama (Tanjaya et al., 2007). Selain itu biaya yang diperlukan relatif lebih mahal untuk memproduksi material bentonit teraktivasi sehingga diperlukan biaya yang besar dalam proses produksi skala besar.

Studi mendalam dilakukan untuk mempelajari aktivasi bentonit dengan menggunakan asam klorida. Beberapa penelitian telah berhasil membuat material dengan kondisi asam tanpa melalui proses pemanasan. Metode tersebut menghasilkan material dengan luas permukaan lebih besar (Foletto et al., 2011; Wu et al., 2006). Studi lain menunjukkan bahwa bentonit yang telah diaktivasi menggunakan asam klorida memiliki kemampuan adsorpsi yang optimum pada konsentrasi tertentu (Tanjaya et al., 2007). Selain itu, faktor yang mempengaruhi kondisi optimum adsorpsi pada CPO juga bergantung dari jenis bahan baku bentonit yang tersedia (Kiralı dan Laçın, 2006). Oleh karena itu perlu dipelajari pembuatan material *bleaching earth* menggunakan bahan baku bentonit dengan proses yang sederhana, mudah untuk dilakukan, ekonomis, energi yang relatif lebih rendah, dan dapat diproses pada skala besar. Selain itu juga dipelajari kondisi optimum pada proses *bleaching* minyak sawit mentah untuk mengurangi komponen-komponen yang tidak diinginkan. Perbandingan bahan baku bentonit dengan material adsorpsi komersial yang umumnya disebut

“Tonsile” juga dipelajari untuk memperoleh karakteristik material yang diinginkan.

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui karakteristik dan kemampuan *bleaching* dari material bentonit yang teraktivasi asam klorida dengan metode yang sederhana, mudah dilakukan, ekonomis, energi yang relative lebih rendah dan dapat diproduksi pada skala besar. Selain itu juga mempelajari kondisi optimum pada proses *bleaching* minyak sawit mentah untuk mengurangi komponen-komponen yang tidak diinginkan dengan membandingkan dengan material komersial atau “Tonsile”.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini dapat memberikan informasi terkait karakteristik dan kemampuan *bleaching* dari material bentonit yang teraktivasi asam klorida dengan metode yang sederhana, mudah dilakukan, ekonomis, energi yang relative lebih rendah dan dapat diproduksi pada skala besar. Selain itu juga memberikan informasi mengenai kondisi optimum pada proses *bleaching* minyak sawit mentah untuk mengurangi komponen-komponen yang tidak diinginkan dengan membandingkan dengan material komersial atau “Tonsile”.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI**

#### **2.1 Crude Palm Oil (CPO)**

Minyak kelapa sawit berasal dari tanaman yang memiliki nama latin *Elaeis gioneensis jacquin* dan berasal dari Afrika Selatan. Pohon kelapa sawit diperkenalkan ke Asia Timur sebagai tanaman hias di Kebun Raya Bogor, Jawa Barat, Indonesia pada tahun 1848. Perkembangan tanaman ini menyebar hingga ke berbagai belahan dunia dengan jenis tanaman *Deli dura* dan untuk produksi benih tanaman digunakan *dura × pisera* (D × P). Benih tersebut merupakan benih kelapa sawit budidaya utama yang ditanam di Malaysia dan Indonesia. Dewan Minyak Sawit Malaysia atau *Malaysian Palm Oil Board* (MPOB) memiliki koleksi plasma nuftah kelapa sawit terbesar di dunia dengan benih tanaman terutama adalah *dura × pisera (tenera)*. Pemilihan tanaman jenis ini secara komersial didasarkan pada hasil minyak yang dihasilkan pada tanaman jenis (D × P) paling tinggi per tandan (22,5-25,5%). Spesies lain dari tanaman kelapa sawit adalah *Elaeis oleifera* yang berasal dari Amerika Tengah dan Amerika Selatan. Minyak yang dihasilkan dari tanaman jenis ini tidak lebih jenuh, namun rasio minyak terhadap tandan sangat rendah, sehingga dinilai tidak ekonomis untuk ditanam dalam skala komersial (Lin, 2011). Kelapa sawit adalah pabrik penghasil minyak nabati yang paling efisien dengan produksi sekitar 3.6-3.7 ton/ha/tahun

minyak kelapa sawit dan tambahan 0.42 ton/ha minyak inti sawit (Gunstone, 2007; Murphy, 2007).

### **2.1.1 Tentang *Crude Palm Oil***

*Crude Palm Oil* (CPO) merupakan salah satu komoditas perkebunan dengan hasil yang sangat besar. Peningkatan hasil panen dapat dioptimalkan dengan manajemen perkebunan dan pengolahan perkebunan yang lebih baik. Kelapa sawit menghasilkan buah yang dapat dipanen pada tahun kedua hingga ketiga penanaman dan pemanenan dapat berlangsung selama sekitar 25-30 tahun. Buah kelapa sawit menghasilkan dua jenis minyak. Pertama, minyak yang berasal dari buah berwarna merah atau *mesocarp* yang biasa disebut dengan minyak sawit kasar atau *Crude Palm Oil* (CPO). Kedua, minyak yang berasal dari inti kelapa sawit dan tidak berwarna biasa disebut dengan minyak inti kelapa sawit atau *Palm Kernel Oil* (PKO). CPO mengandung beta karoten sekitar 500-700 ppm dan merupakan bahan pangan sumber karoten alami terbesar. Oleh karena itu CPO berwarna jingga kemerahan. CPO diperoleh dari daging buah kelapa sawit melalui ekstraksi dan mengandung sedikit air serta serat halus yang berwarna kuning sampai merah dan berbentuk semi solid pada suhu ruang. Adanya serat halus dan air pada CPO menyebabkan CPO tidak dapat dikonsumsi langsung sebagai bahan pangan maupun non pangan (Gunstone, 2011; Kataren, 2008). *Crude Palm Oil* (CPO) diperoleh dari pengolahan buah kelapa sawit yang kemudian diolah lagi menjadi Minyak Goreng Sawit (MGS). Secara garis besar buah kelapa sawit terdiri dari serabut buah (*pericarp*) dan inti (*kernel*). Serabut buah dari kelapa sawit terdiri dari

tiga lapis yaitu lapisan luar atau kulit buah yang disebut *pericarp*, lapisan sebelah dalam disebut *mesocarp* atau *pulp* dan lapisan paling dalam disebut dengan *endocarp*. Sedangkan inti kelapa sawit terdiri dari lapisan kulit biji (*testa*), *endosperm* dan embrio. Dari bagian buah kelapa sawit yang mengandung minyak adalah lapisan sebelah dalam (*mesocarp*) dengan kadar minyak rata-rata sebanyak 56% dan inti (*kernel*) mengandung minyak sebesar 44% (Hasibuan, 2020).

### **2.1.2 Komposisi dan Sifat Crude Palm Oil**

*Crude Palm Oil* (CPO) memiliki komposisi asam lemak yang seimbang, yakni asam tingkat asam lemak jenuh hampir sama dengan asam lemak tak jenuh. Asam palmitat terkandung sebesar 44-45% dan asam oleat sebesar 39-40%, sisanya adalah asam linolenat yang terkandung sebesar 10-11%. Tingkat kadar asam linolenat yang rendah mengakibatkan minyak relative stabil terhadap penurunan oksidatif (Gunstone, 2011).

Survei yang dilakukan di beberapa wilayah yang berbeda (Malaysia, Pantai Gading, Nigeria, Papua Nugini, Kepulauan Solomom, dan Sumatera menunjukkan bahwa komposisi asam lemak, nilai yodium (IV) dan *Slip Melting Point* (SMP) tidak jauh berbeda. Nilai yodium berkisar dari 50-55. Sementara itu kelapa sawit Brazil tampaknya lebih tidak jenuh dengan kandungan rata-rata asam oleat sebesar 43,2% dan asam linolenat sebesar 11,5%. Beberapa cendekiawan menganggap bahwa minyak yang dilaporkan Traveres dan Barberio mengandung campuran minyak dari jenis *Elaias oleifera*. Hal ini dapat menjelaskan tingginya

kadar asam palmitat yang tercatat pada batas maksimum sebesar 57,3% dan juga berkaitan dengan fakta bahwa penulis telah menolak 26 dari 99 sampel (Lin, 2011).

**Tabel 2.1** Komposisi asam lemak dan trigliserida pada *Crude Palm Oil*

	Malaysia (1990)		Brazil (1993)	
	Rerata	Barisan (215 Sampel)	Rerata	Barisan (73 Sampel)
% Asam Lemak (wt)				
12:0	0,2	0,1-0,4	0,2	Tr-2,6
14:0	1,1	1,0-1,4	0,8	Tr-1,3
16:0	44,1	40,9-47,5	39,0	31,0-57,3
16:1	0,2	0-0,4	0,03	Tr-0,4
18:0	4,4	3,8-4,8	5,0	2,1-6,4
18:1	39,0	36,4-41,2	43,2	33,8-47,5
18:2	10,6	9,2-11,6	11,5	6,4-14,8
18:3	0,3	0-0,6	0,4	Tr-0,7
20:0	0,2	0-0,4	0,01	Tr-0,3
Trigliserida (Jumlah C)				
C46	1,2	1,2		TT
C48	8,1	8,1		TT
C50	39,9	39,9		TT
C52	38,8	38,8		TT
C54	11,4	11,4		TT
C56	0,6	0,6		TT
Bilangan Iod	52,1	50,1-54,9	58,0	50,3-62,9
SMP (°C)	36,7	33,0-39,0	TT	TT

Sumber: (Lin, 2011)

Keterangan:

TT = Tidak Tersedia

SMP = *Slip Melting Point*

Komposisi minyak dari spesies *Nigeria E. guineensis* menunjukkan variasi yang jauh lebih besar dari minyak komersial dari spesies lain yang ditanam. Kandungan asam palmitat berkisar antara 27-55%, asam oleat berkisar 28-56% dan asam linolenat berkisar antara 6.5-18%. Komposisi ini memberikan informasi kepada para petani kelapa sawit untuk mengembangkan gen dengan spesifikasi asam oleat, karoten, dan tokoferol yang tinggi (Lin, 2011).

Triasilgliserida (TAG) minyak kelapa sawit terdiri dari molekul C46 hingga C56 dalam distribusi mendekati normal, terutama TAG dari C50 dan C52. Nomor karbon mewakili jumlah atom karbon dalam tiga rantai asil dan tidak termasuk atom karbon pada gliserol. Minyak kelapa sawit memiliki kandungan TAG disaturasi (POP dan PPO) dan monosaturasi (POO dan OPO) yang tinggi (Ong dan Goh, 2002).

### **2.1.3 Karakteristik Fisik *Crude Palm Oil***

*Crude Palm Oil* memiliki bentuk semi-padat pada suhu kamar (28°C), dan kisaran titik lelehnya berada pada suhu 32-40°C. *Slip Melting Point* (SMP) diadopsi dalam proses pengukuran parameter tersebut. Karakteristik tersebut dipengaruhi oleh kandungan asam lemak bebas dan diasilgliserol. Umumnya minyak sawit mentah memiliki *slip melting point* yang sedikit lebih tinggi

daripada minyak yang dihasilkan dari proses penyulingan (Lin, 2011).

Warna jingga kemerahan pada minyak kelapa sawit disebabkan oleh adanya pigmen warna berupa karoten, karena asam lemak digliserida tidak berwarna. Bau dan rasa yang ditimbulkan merupakan akibat adanya asam lemak berantai pendek dan persenyawaan iodine (Kataren, 2008).

**Tabel 2.2** Sifat Fisokimia *Crude Palm Oil*

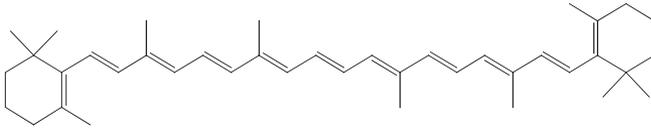
Kriteria Uji	Syarat Mutu
Warna	Jingga Kemerahan
Kadar Air	0,5%
Asam Lemak Bebas	0,5%
Bilangan Iod	50-55 g I/100 g minyak
Bilangan Asam	6,9 mg KOH/g minyak
Bilangan Penyabunan	224-249 mg KOH/g minyak
Bilangan Iod (wijs)	45-54
Titik Leleh	21-24°C
Indeks Refraksi	36,0-37,5

Sumber: (SNI 01-2901-2006, 2006)

#### **2.1.4 Komponen Minor *Crude Palm Oil***

**Karoten.** Warna jingga kemerahan pada buah sawit dan juga *crude palm oil* sebagai akibat dari tingginya konsentrasi zat warna berupa karotenoid dan antosianin. CPO diekstraksi secara komersial dengan proses sterilisasi dan pengepresan dan mengandung 400-1.000 ppm karotenoid. Jumlah karotenoid yang beragam ini bergantung pada jenis kelapa sawit, tingkat oksidasi, dan proses pengolahan CPO. Senyawa karotenoid yang banyak

terkandung dalam CPO adalah  $\alpha$ - dan  $\beta$ -*carotene*, serta senyawa lain yang konsentrasinya lebih rendah antara lain *phytoene*, *phytofluene*, *cis*  $\beta$ -*carotene*, *cis*  $\alpha$ -*carotene*,  $\delta$ -*carotene*,  $\gamma$ -*carotene*,  $\zeta$ -*carotene*, *neurosporene*,  $\beta$ -*zeacarotene*,  $\alpha$ -*zeacarotene* dan *lycopene* (Jalani et al., 1997; Lin, 2011; Yap et al., 1989).



**Gambar 2.1** Struktur dari  $\beta$ -*carotene*

**Tocopherols dan Tocotrienols (Tocols).** *Crude Palm Oil* (CPO) selain kaya akan pro-vitamin A, juga memiliki kandungan vitamin E yang tinggi yang berupa tokoferol dan tokotrienol. Tokotrienol memiliki kandungan yang lebih besar yakni sekitar 70%. CPO juga memiliki kandungan tokoferol yang lebih tinggi daripada minyak kelapa sawit yang diolah (Lin, 2011).

**Sterols, Squalane, dan Hidrokarbon Lain.** Kelompok komponen lain dari fraksi CPO yang tidak dapat dipisahkan adalah fitosterol. Fitosterol yang umum ditemukan dalam CPO adalah sitosterol, *stigmasterol campesterol*, dan kolesterol. CPO mengandung sekitar 210-620 ppm fitosterol, dimana fraksinasi dan pemurnian mengubah kandungan dan komposisi fitosterol dalam minyak dan fraksinya. (Lin, 2011).

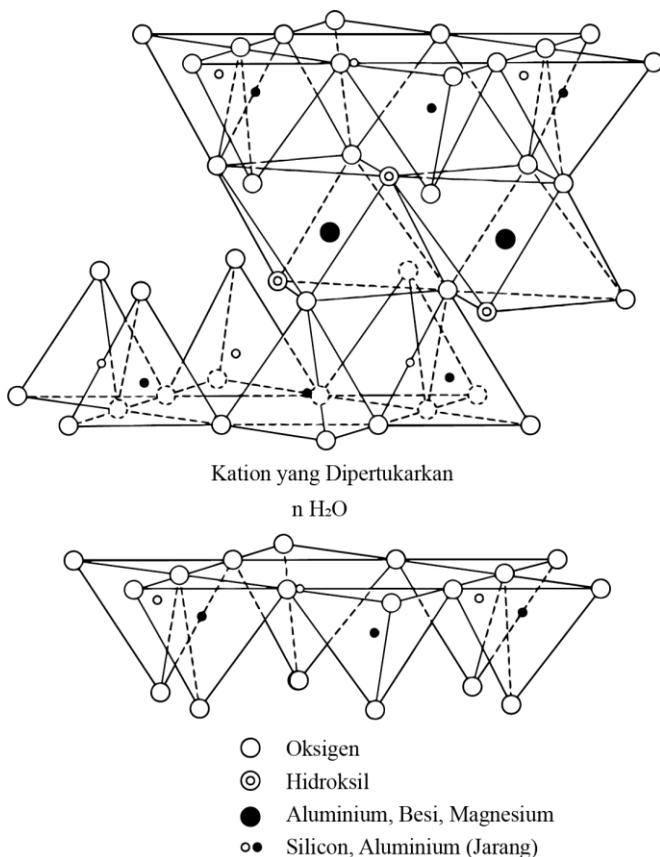
## 2.2 Bentonit

Bentonit merupakan lempung yang mempunyai sifat plastis dan koloidal tinggi dengan kandungan utama berupa

mineral smektit (*montmorillonite*) dengan kadar 85-95%. Rumus teoritik kimia dari smektit adalah  $(\text{OH})_4\text{Si}_8\text{Al}_4\text{O}_{20}\cdot n\text{H}_2\text{O}$  dengan komposisi  $\text{SiO}_2$  sebesar 66,79%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 28,3% dan  $\text{H}_2\text{O}$  sebesar 5% (Buchari dan Harsini, 1996). Struktur *montmorillonite* dalam bentonit dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Smektit merupakan mineral yang terdiri dari tiga lapis struktur aluminosilikat hidrat, yaitu dua lapis silika tetrahedral dan satu lapis alumina oktahedral. Ion-ion logam baik yang berada di dalam struktur smektit maupun berada di lapisan interlayer dapat diganti oleh kation lain tanpa merusak struktur bentonit dan dapat menyerap air secara reversibel. Struktur *montmorillonite* terdapat beberapa lapisan yaitu lapisan tetrahedral dan lapisan oktahedral. Di antara lapisan *montmorillonite* terdapat lapisan yang disebut sebagai lapisan interlayer. Lapisan tersebut dapat mengembang dan diisi oleh molekul-molekul air dan kation-kation lain yang dapat dipertukarkan (Hidayat and Nugraha, 2018).

Pada lapisan tetrahedral *montmorillonite* terdapat ion  $\text{Si}^{4+}$  sebagai  $\text{SiO}_4$ , ion  $\text{Al}^{3+}$  dan terdapat pula ion  $\text{Mg}^{2+}$ . Sementara itu lapisan oktahedral, ion Al mengikat 6 atom oksigen atau mengikat 4 atom oksigen dengan 2 gugus hidroksil. Keberadaan  $\text{Al}^{3+}$  pada lapisan tetrahedral dan  $\text{Mg}^{2+}$  pada lapisan oktahedral menyebabkan permukaan bentonit bermuatan negatif. Muatan negatif pada permukaan bentonit akan diseimbangkan oleh ion-ion bermuatan positif seperti  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Na}^+$ . Ion-ion positif tersebut yang kemudian bisa dipertukarkan dengan ion-ion positif yang lain (Hidayat dan Nugraha, 2018).



**Gambar 2.2** Sketsa diagram dari struktur *montmorillonite*.

Dikarenakan bentonit mengandung mineral *montmorillonite* maka bentonit memiliki kemampuan untuk mengembang, penukar ion, memiliki luas permukaan yang besar dan mudah menyerap air, dengan kata lain sangat memungkinkan bentonit memiliki peran sebagai adsorben. Selain itu adanya sisi asam pada permukaan bentonit yang berkaitan dengan asam

Brønsted dan asam Lewis memungkinkan bentonit digunakan sebagai katalis (Murray, 2006).

Bentonit merupakan salah satu jenis mineral yang memiliki berbagai macam kegunaan, diantaranya adalah sebagai bahan baku pembuatan semen, keramik, kosmetik, krayon, adsorben, *bleaching earth* dan katalis heterogen dalam proses pengolahan minyak. Secara komersial, bentonit dikenal dalam dua jenis berdasarkan sifat fisik dan mineraloginya, yakni Natrium Bentonit dan Kalsium Bentonit (Murray, 2006).

Natrium Bentonit (*Na-Bentonite*) merupakan jenis mineral *montmorillonite* yang memiliki lapisan partikel air tunggal (*single water layer particles*), yang mengandung kation  $\text{Na}^+$  yang dapat dipertukarkan. Daya mengembang bentonit jenis ini sebesar delapan kali apabila dimasukkan ke dalam air, serta tetap terdispersi selama beberapa waktu di dalam air. Warna bentonit jenis ini umumnya putih atau putih kecoklatan pada keadaan kering, dan akan mengkilap apabila berada dalam kondisi basah serta terpapar sinar matahari. Suspensi koloidal memiliki pH sekitar 8,5-9,8 dan bentonit jenis ini tidak dapat diaktifkan. Kandungan oksida natrium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) dalam Na-Bentonit umumnya lebih besar dari 2%. Karena sifat-sifat tersebut, Na-Bentonit umumnya digunakan sebagai lumpur pembilas (*drilling mud*) dalam pengeboran minyak, gas dan panas bumi, penyumbat kebocoran bentungan, pencampur semen, pencampur dalam pembuatan cat, bahan baku farmasi, perekat pasir cetak pada industri pengecoran logam (Buchari dan Harsini, 1996)).

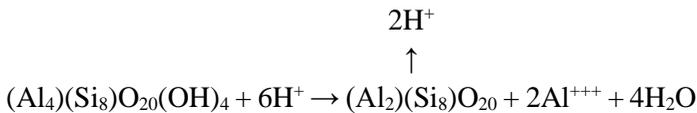
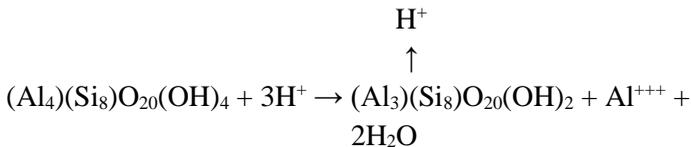
Kalsium Bentonit (*Ca-Bentonite*) merupakan jenis mineral *montmorillonite* yang memiliki kemampuan mengembang lebih rendah daripada Na-Bentonit, namun tetap terdispersi di dalam air dan secara alami atau setelah melalui proses aktivasi memiliki kemampuan adsorpsi yang baik. Suspensi koloidal memiliki pH 4-7, posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion-ion kalsium dan magnesium. Ca-Bentonit memiliki warna abu-abu, biru, kuning, merah, hingga coklat dalam keadaan kering dan memiliki sifat *rapid slaking*. Penggunaan bentonit dalam pengolahan minyak perlu dilakukan aktivasi terlebih dahulu, sebab dengan adanya aktivasi bentonit jenis ini sangat baik digunakan sebagai *bleaching earth*. Tanpa aktivasi, bentonit jenis ini memiliki daya serap yang rendah terhadap warna, dan dapat ditingkatkan melalui aktivasi dengan asam. Dalam aplikasinya, bentonit jenis ini digunakan sebagai bahan adsorpsi, *bleaching earth*, zat perekat pasir cetak dalam proses pengecoran baja, sebagai katalisator dalam industri kimia, pengisi dan lain sebagainya (Buchari dan Harsini, 1996; Soedjoko, 1987).

### **2.2.1 Aktivasi Bentonit (*Bleaching Earth*)**

Bentonit yang dapat diaktivasi merupakan bentonit dengan kandungan *montmorillonite* yang tinggi dan daya mengembang yang rendah. Adanya struktur lain seperti *illite* dengan kandungan *montmorillonite* dan kapasitas pertukaran kation yang cukup besar masih memungkinkan untuk dilakukan aktivasi. Perlakuan dengan asam mengakibatkan tergantungnya ion-ion seperti  $K^+$ ,  $Na^+$  dan  $Ca^{2+}$  dengan proton atau  $H^+$  dalam ruang interlayer. Selain itu ion-ion logam dalam struktur seperti  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$  dan

Mg<sup>2+</sup> juga turut lepas dan tergantikan oleh proton dari asam. Hal tersebut mengakibatkan morfologi dari bentonit lebih berpori dan secara elektrokimia lebih aktif (Siddiqui, 1968a).

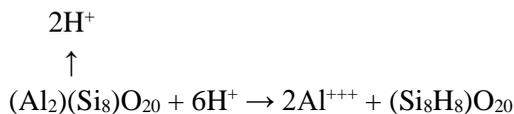
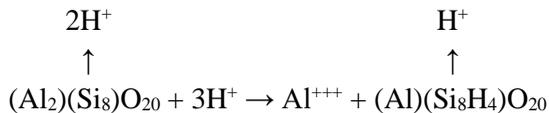
Asam klorida dan asam sulfat umumnya dipakai dalam proses aktivasi bentonit. Selama proses aktivasi atau perlakuan dengan asam, komponen dasar dari *montmorillonite* diserang oleh proton dari asam pada bagian tepi dan dilanjutkan ke dalam struktur. Magnesium, aluminium, dan besi yang berada di dalam struktur oktahedral mengalami pertukaran dengan proton dan ion-ion logam tersebut terlarut. Pertukaran tersebut tidak mempengaruhi lapisan silika-oksigen yang mengapit kedua sisi lapisan dasar. Perlakuan asam kemudian berlanjut ke area dalam sehingga meninggalkan kerangka yang memiliki area luas. Perubahan tersebut secara ideal dapat dinyatakan sebagai berikut:



**Gambar 2.3** Skema Reaksi Aktivasi Bentonit dengan Asam

Pada keadaan tersebut, setengah dari atom aluminium mengalami pertukaran dari struktur bersamaan dengan dua

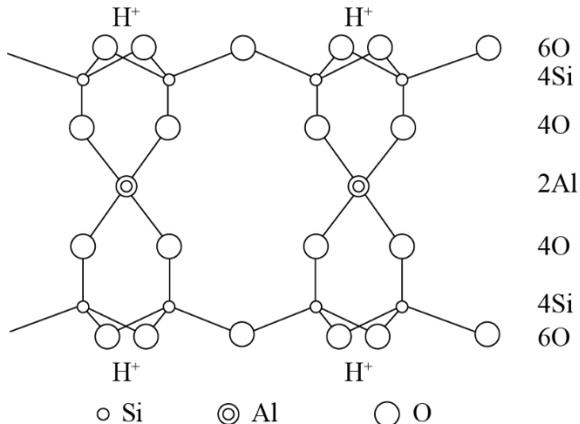
gugus hidroksil. Sebagaimana postulat dari Thomas, Kickey, dan Stecker (1950) yang menjelaskan bahwa atom aluminium yang tersisa dikoordinasikan secara tetrahedral dengan empat atom oksigen yang tersisa. Perubahan dari koordinasi oktahedral menjadi tetrahedral menghasilkan kisi kristal dengan muatan negatif yang diimbangi oleh ion hidrogen. Dengan kata lain, bentonit yang diaktifkan oleh asam menjadi bermuatan negatif pada permukaannya dan dinetralkan oleh ion-ion hidrogen. Hal tersebut menjelaskan sumber keasaman yang berkaitan dengan proses *bleaching* pada *crude palm oil*. Struktur ideal dari *montmorillonite* teraktivasi asam seperti yang disarankan oleh Thomas dkk (1950) diberikan pada Gambar 2.5 yang merupakan modifikasi dari struktur ideal *montmorillonite* yang diusulkan oleh Hofmann, Endell, dan Wilm. Ketika reaksi dengan asam berlangsung lebih lanjut, pertukaran logam-logam yang lebih besar dari aluminium oktahedral terjadi, dan menghasilkan kerangka silika tetrahedral. Reaksi dapat berlangsung sebagai Berikut:



**Gambar 2.4** Skema Aktivasi Bentonit dengan Asam pada Tahap Lanjut

Meskipun demikian, tahap ideal tersebut jarang dicapai dalam bentonit aktif, dan beberapa kation dalam

lapisan oktahedral mempertahankan lembaran silika yang tersisa, meskipun dengan cara yang tidak teratur. Reaksi dapat dikontrol untuk memberikan jumlah optimal alumina untuk menjaga struktur tetap utuh dan memaksimalkan kapasitas adsorpsi (Siddiqui, 1968a).



**Gambar 2.5** Struktur ideal dari *montmorillonite* teraktivasi asam sebagaimana dipostulatkan oleh Thimas, Hickey, dan Stecker (1950)

### 2.2.2 Proses *Bleaching*

*Bleaching* pada dasarnya merupakan adsorpsi selektif bahan pewarna pada permukaan padat melalui kontak dengan cairan untuk didekolorisasi. Untuk melakukan proses *bleaching* diperlukan material yang mampu mengadsorpsi pewarna dengan area permukaan yang luas, memiliki efektifitas yang tinggi berdasarkan strukturnya, dan mudah untuk diaktivasi kembali (Siddiqui, 1968a).

Setiap padatan pada batas tekanan permukaan internal, kepadatan dan viskositas mengalami peningkatan.

Dalam kondisi tertentu, efek tersebut diperbesar oleh afinitas kimia, bahkan adanya ikatan terbuka atau valensi bebas pada permukaan membuat padatan memiliki kemampuan adsorpsi yang selektif. Jenis adsorpsi tersebut dikenal sebagai adsorpsi kimia (Siddiqui, 1968a).

Secara teori, produksi sisi aktif yang dihasilkan oleh padatan sangatlah sederhana. Seperti yang dikatakan oleh Nutting (1933), pada saat permukaan diserang oleh pereaksi maka akan menghasilkan kondisi asam dan konstituen basa pada permukaan tidak seimbang. Ikatan yang dimiliki mungkin memiliki batasan pada permukaan luar atau pada pori sub-mikroskopis atau permukaan yang pipih. Dengan demikian, dapat dipahami bahwa mekanisme *bleaching* pada lempung merupakan interaksi partikel lempung dengan ion-ion dalam suatu suspensi. Kayser dan Bloch (1953) mempelajari perilaku adsorpsi pewarna kationik pada permukaan H- dan Na-montmorillonite. Hasil pengamatannya memperlihatkan bahwa adsorpsi pewarna umumnya disertai dengan perubahan warna dengan asumsi bahwa pewarna yang teradsorpsi setara dengan jumlah sisi aktif pada permukaan asam. Mereka juga menunjukkan bahwa bahwa pewarna yang memiliki satu atau lebih ion tersubstitusi elektronegatif, maka dihasilkan kapasitas adsorpsi yang sedikit atau bahkan nol. Dengan kata lain, seperti yang dikatakan oleh Hexaire dkk (1956), fenomena adsorpsi berkaitan dengan transfer electron dari molekul organik ke permukaan tanah liat (Siddiqui, 1968a).

Proses *bleaching* dengan bahan adsorben tidak hanya mengalami proses adsorpsi, tetapi juga adanya oksidasi dan

memungkinkan reaksi kimia lainnya juga memainkan peranan penting. Kesimpulan yang dicapai adalah dalam proses dekolonisasi minyak terdapat empat reaksi yang mengendalikan mekanisme *bleaching*. Dua diantaranya memerankan peran yang menguntungkan dan dua lainnya tidak menguntungkan. Adsorpsi zat warna dan penurunan oksidatif merupakan reaksi yang menguntungkan, namun peningkatan oksidatif pada zat warna dan stabilisasi oksidatif terhadap adsorpsi tidak menguntungkan. Selain itu, adsorben juga digunakan untuk mengkatalisasi reaksi oksidatif (Siddiqui, 1968a).

Prinsip umum *bleaching* mempertimbangkan momen dipol adsorbat, adsorben, dan substrat. Lebih dari itu menyimpulkan bahwa mekanisme adsorpsi dari adsorben bervariasi bergantung dari sifat kepolaran (polar, semi-polar, dan non-polar) dari media terjadinya proses *bleaching*. Sementara itu, banyak faktor yang lebih spesifik dapat mempengaruhi dekolonisasi, terutama bergantung pada jenis dan struktur adsorben, serta sifat yang dihasilkan (Siddiqui, 1968b).

Proses *bleaching* merupakan proses mereduksi pigmen warna dengan menambahkan adsorben seperti *bleaching earth*. Pengertian *bleaching* sebenarnya adalah proses pemutihan suatu zat, dalam arti membuatnya menjadi lebih mendekati putih. Proses *bleaching* dilakukan dalam waktu 30 menit dengan proses pemanasan pada suhu 100-130°C. Tujuan penambahan *bleaching earth* adalah untuk menyerap pengotor yang masih terdapat di dalam minyak seperti karotenoid, logam, air, asam lemak bebas, dan pengotor lainnya. Selain penghilangan zat warna,

proses *bleaching* juga mampu untuk mengurangi komponen-komponen lain seperti logam-logam transisi, suspensi koloid seperti *gum* dan resin, serta degradasi hasil minyak seperti peroksida (Djumarman, 1977).

Proses *bleaching* umumnya dimaksudkan untuk proses secara kimia. Sedangkan untuk *bleaching* secara fisik lebih menekankan pada adsorpsi atau sering disebut sebagai “*decolorization*” dan bahannya disebut adsorben (Djumarman, 1977).

Proses *bleaching* yang pertama, yaitu *bleaching* secara kimia, sering dilakukan dengan “*oxidizing agent*” dan tak jarang juga digunakan “*reducing agent*”. Chlorine, natrium, kalsium hipoklorit, natrium klorit, klorine dioksida, hydrogen peroksida, sodium peroksida dan dikromat, perborate, dll merupakan jenis yang tergolong dalam *oxidizing agent*. Jenis *reducing agent* misalnya sulfur dioksida, sulfit, hidrosulfit, dan thiosulfate. Jenis ini juga sering disebut sebagai “*anti-chlor*” karena dipergunakan untuk menetralkan sisa-sisa dari *oxidizing bleaching agent* dalam suatu proses (Djumarman, 1977).

*Bleaching* secara fisik atau adsorpsi sering dilakukan dengan menggunakan karbon aktif dan *bleaching earth* yang telah diaktivasi (*activated clay*) (Djumarman, 1977).

## **2.3 Karakterisasi**

### **2.3.1 X-Ray Fluorescence (XRF)**

*X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan teknik analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang berada pada padatan,

serbuk, maupun cairan. XRF didasarkan pada pengukuran tenaga dan intensitas Sinar-X suatu unsur di dalam hasil cuplikan dari eksitasi sumber radioisotope. Lepasnya elektron bagian dalam dari suatu atom merupakan akibat dari paparan sumber radiasi dan pengukuran intensitas pancaran Sinar-X yang dipancarkan oleh atom suatu unsur dalam sampel. XRF mampu mengukur unsur mulai dari Berilium (Be) hingga Uranium pada level *trace element*, bahkan di bawah level ppm. Secara umum, spectrometer XRF mengukur Panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi fluoresensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan Sinar-X (Fatimah, 2018).

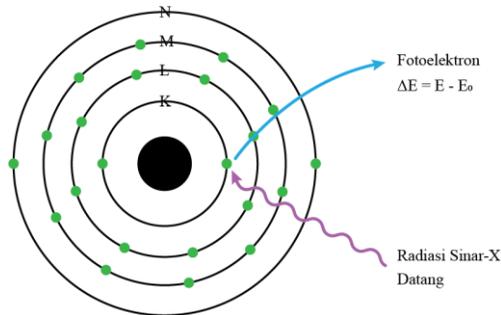
Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material, selain itu metode ini relatif cepat dan tidak merusak sampel. XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh Sinar-X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Jamaluddin et al., 2016).

Terjadinya eksitasi Sinar-X primer yang berasal dari tabung Sinar-X atau sumber radioaktif yang mengenai sampel, mengakibatkan Sinar-X dapat diabsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses dimana Sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila Sinar-X primer memiliki cukup energi, elektron pindah dari kulit yang ada di dalam sehingga menimbulkan kekosongan, sehingga menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil. Apabila atom kembali pada keadaan stabil, elektron dari kulit luar

pindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi Sinar-X tertentu dan berbeda antara dua energi ikatan pada kulit tersebut. Emisi Sinar-X dihasilkan dari proses yang disebut *X Ray Fluorescence* (XRF). Proses deteksi dan analisa emisi sinar-X disebut analisa XRF. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Sehingga sering terdapat istilah  $K_{\alpha}$  dan  $K_{\beta}$  serta  $L_{\alpha}$  dan  $L_{\beta}$  pada XRF. Jenis spektrum Sinar-X dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda (Fatimah, 2018; Jamaluddin et al., 2016).

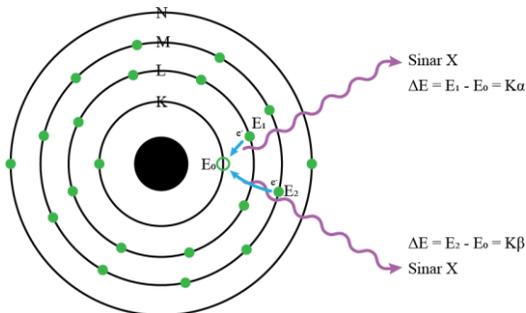
Energi pada XRF merupakan karakteristik level energi dari lintasan elektron tiap elemen. Level energi berbeda untuk setiap elemen. Dengan analisis energi pada spektrum XRF yang diemisikan oleh sebuah zat, dapat ditentukan elemen yang ada pada unsur dan konsentrasinya tiap zat. Informasi ini dibutuhkan untuk mengidentifikasi suatu unsur. Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan X-Ray yang terjadi akibat efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom pada sampel terkena sinar berenergi tinggi (X-Ray) (Fatimah, 2018). Prinsip kerja XRF dapat dijelaskan sebagai berikut:

- a. *X-Ray* ditembakkan pada sampel, jika selama proses penembakan *X-Ray* mempunyai energi yang cukup maka elektron akan terlempar (terekstisasi) dari kulitnya yang lebih dalam yaitu kulit K dan menciptakan *vacancy* atau kekosongan pada kulitnya, ditunjukkan pada Gambar 2.6



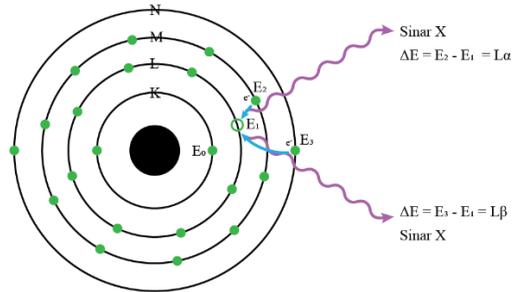
**Gambar 2.6** Elektron Tereksitasi Ke Luar

- b. Kekosongan tersebut mengakibatkan kondisi yang tidak stabil pada atom. Untuk menstabilkan kondisi maka elektron dari dari tingkat energi yang lebih tinggi misalnya dari kulit L dan M akan berpindah menempati kekosongan tersebut, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7. Pada proses perpindahan tersebut, energi dibebaskan karena adanya perpindahan dari kulit yang memiliki energi lebih tinggi (L/M) kedalam kulit yang memiliki energi paling rendah (K). Emisi yang dikeluarkan oleh setiap material memiliki karakteristik khusus.



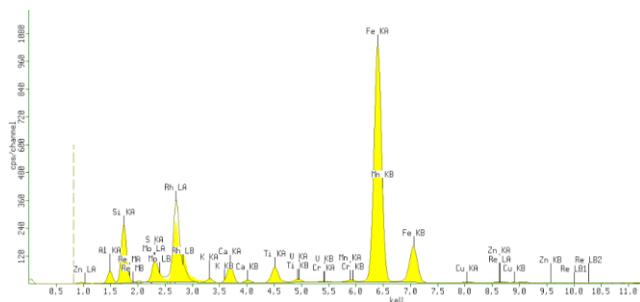
**Gambar 2.7** Pengisian Kekosongan Elektron

- c. Proses tersebut memberikan karakteristik dari *X-Ray*, yang energinya berasal dari perbedaan energi ikatan antar kulit yang berhubungan. *X-ray* yang dihasilkan dari proses ini disebut *X-Ray Fluorescence* atau XRF (Gambar 2.8).



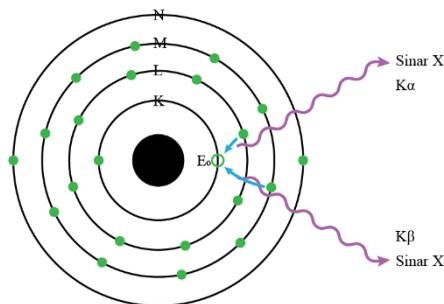
**Gambar 2.8** Pelepasan Energi

- d. Proses untuk mendeteksi dan menganalisa *X-Ray* yang dihasilkan disebut *X-Ray Fluorescence Analysis*.
- e. Penggunaan spektrum *X-Ray* pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan *multiple* peak (puncak ganda karena adanya K<sub>α</sub> dan K<sub>β</sub>) pada intensitas yang berbeda, seperti yang terlihat pada Gambar 2.9.



**Gambar 2.9** Contoh Hasil Analisa XRF pada Material Bentonit Teraktivasi Asam

- f. Karakterisasi *X-Ray* yang ditandai oleh K, L, M, atau N berfungsi untuk menunjukkan kulit asalnya. Model yang lain yaitu alfa, beta, atau gamma dibuat untuk menandai *X-Ray* yang berasal dari elektron transisi dari kulit yang lebih tinggi.  $K\alpha$  dihasilkan dari transisi elektron dari kulit L ke kulit K dan  $K\beta$  dihasilkan dari transisi elektron dari kulit M menuju kulit K, seperti yang terlihat pada Gambar 2.10. (Amdy, 2012)



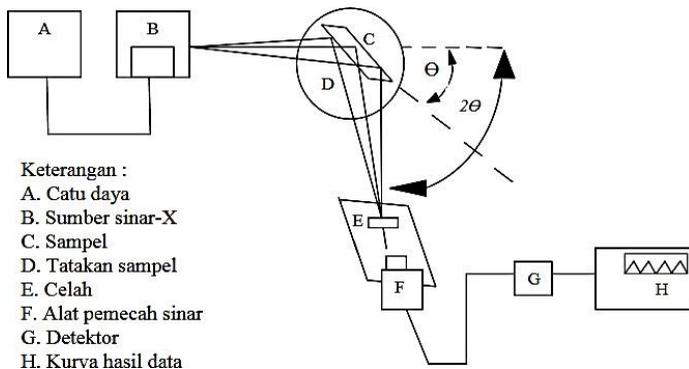
**Gambar 2.10** Terbentuknya  $K\alpha$  dan  $K\beta$

### 2.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)

*X-Ray Diffraction* atau Difraksi Sinar-X (XRD) merupakan instrumen yang penting dalam identifikasi dan karakterisasi material. XRD dalam analisa material digunakan untuk identifikasi fasa kristalin, komposisi, dan struktur dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi. Difraksi Sinar-X ini banyak diaplikasikan dalam identifikasi suatu senyawa (*unknown*) didasarkan pada puncak-puncak (*peak*) kristalin (Prasetyoko, 2015).

Sinar-X merupakan bagian dari radiasi gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara  $10^{-10}$  m

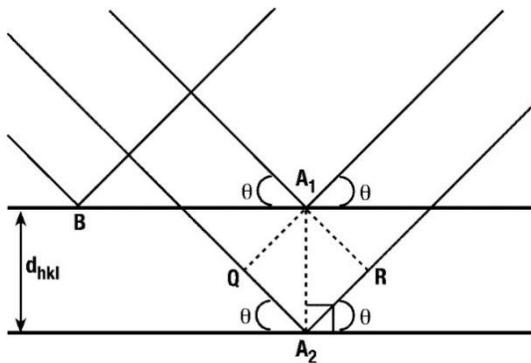
sampai dengan  $10^{-8}$  m ( $1-100\text{\AA}$ ) atau terletak di antara panjang gelombang sinar gamma dan sinar ultraviolet. Dalam XRD, hanya digunakan sinar dengan panjang gelombang  $0.3-0.25\text{\AA}$  dalam difraksi Sinar-X (Jenkins, 2006). Hamburan sinar ini dihasilkan jika suatu elektroda logam ditembak dengan elektron-elektron kecepatan tinggi dalam tabung vakum (Treacy dan Higgins, 2007). Elektron tersebut mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menghasilkan radiasi dengan jarak panjang gelombang kontinu yang disebut *Bremsstrahlung*. Skema alat difraksi Sinar-X disajikan pada Gambar 2.11.



**Gambar 2.11** Skema alat difraksi Sinar-X (Wright, 1993).

Prinsip dari *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah difraksi gelombang Sinar-X yang mengalami pemantulan sinar setelah bertumbukan dengan atom kristal. Bila seberkas Sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan Sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut.

Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Kristalinitas material hasil sintesis dapat diperkirakan melalui perbandingan jumlah intensitas relatif puncak material dengan jumlah intensitas relatif puncak standar yang disebut JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) (Treacy dan Higgins, 2007).



**Gambar 2.12** Ilustrasi dari dua bidang yang sejajar. Gangguan konstruktif terjadi ketika adanya perbedaan jalur ( $QA_2 + A_2R = 2d_{hkl} \sin \theta$ ) dari gelombang yang dipantulkan sama dengan jumlah integral panjang gelombang (Gilfrich, 1997).

Gambar 2.12 menunjukkan dua bidang paralel yang dipisahkan oleh jarak  $d$ . Jika radiasi monokromatik (umumnya berupa sinar-X, neutron, atau elektron) dari panjang gelombang  $\lambda$  ditembakkan pada bidang tersebut dengan sudut  $\theta$ , gangguan konstruktif akan terjadi ketika perbedaan jalur antara gelombang terdifraksi tiap bidang

adalah sama dengan bilangan integral ( $n$ ) dari panjang gelombang. Sinar pada Gambar 2.10 ditunjukkan sedemikian rupa sehingga jarak  $A_1A_2$  sama dengan jarak antara bidang sejajar. Interferensi konstruktif akan terjadi ketika:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

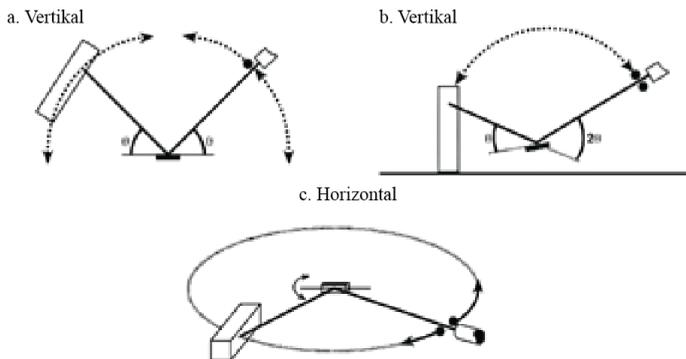
Dengan,

$\lambda$  : panjang gelombang sinar-X ( $\text{Å}$ )

$d$  : jarak antar bidang atom dalam kristal ( $\text{Å}$ )

$\theta$  : sudut sinar-X

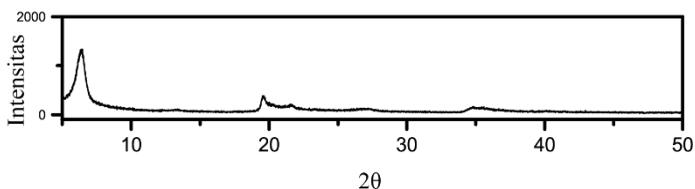
$n$  : tingkat difraksi



**Gambar 2.13** Berbagai konfigurasi dari difraktometer *Bragg-Brentano* (Jenkins, 2006).

Persamaan 2.1 di atas disebut sebagai Persamaan *Bragg*. Kondisi tersebut berlaku di mana pun sinar paralel datang pada suatu bidang. Dalam sampel serbuk, terdapat jutaan orientasi kristal yang tidak beraturan, sehingga digunakan karakterisasi XRD serbuk. Berkas cahaya monokromatik dari Sinar-X ditembakkan pada material

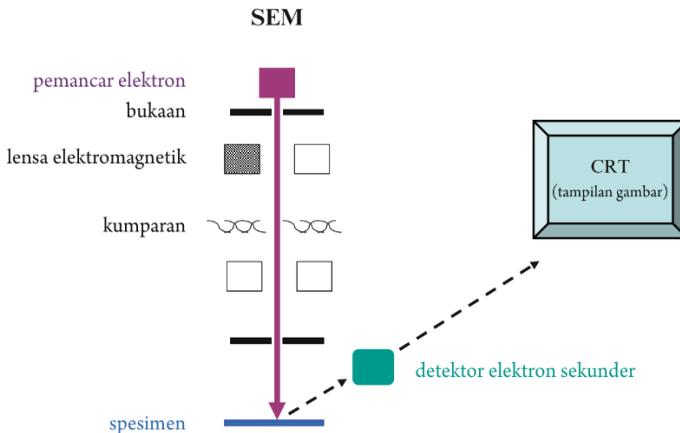
kristalin, sehingga terjadi pemantulan atau disebut dengan difraksi pada sudut yang berbeda beda. Berkas cahaya sempit ditembakkan pada permukaan kristal pada sudut  $\theta$ , sedangkan detektor *Bragg-Brentano* bergerak sepanjang satu dimensi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.13 di atas dan mencatat intensitas setiap sudut  $2\theta$  (Goldstein et al., 2018; Jenkins, 2006).



**Gambar 2.14** Karakteristik puncak XRD dari *montmorillonite*.

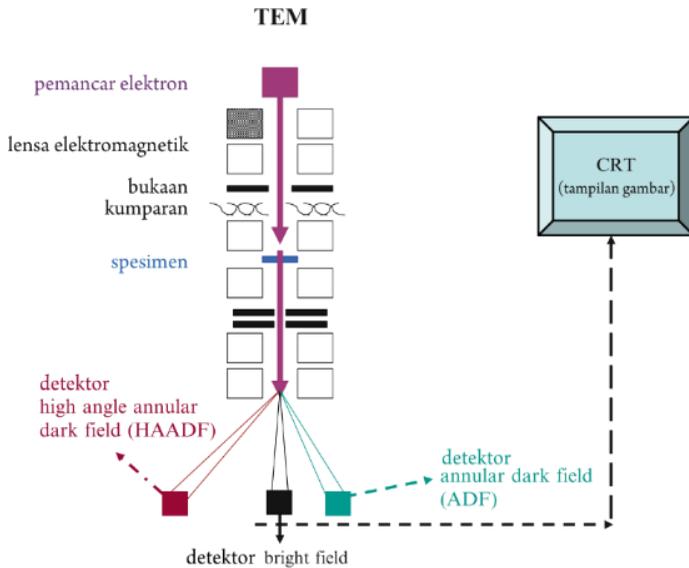
Untuk difraktometer *Bragg-Brentano* dengan pengaturan  $\theta/2\theta$  (Gambar 2.13b), berada tetap sementara piringan spesimen bervariasi sebagai  $\theta$  dan detektor bervariasi sebagai  $2\theta$ . Dalam setup  $\theta/\theta$  (Gambar 2.13a), tabung Sinar-X bervariasi sebagai  $\theta$ , sementara piringan spesimen tetap (walaupun piringan dapat berputar tegak lurus terhadap piringan), dan detektor bervariasi seperti  $\theta$ . Grafik yang dihasilkan berupa plot intensitas terhadap  $2\theta$  seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.14.

### 2.3.3 Mikroskop Elektron



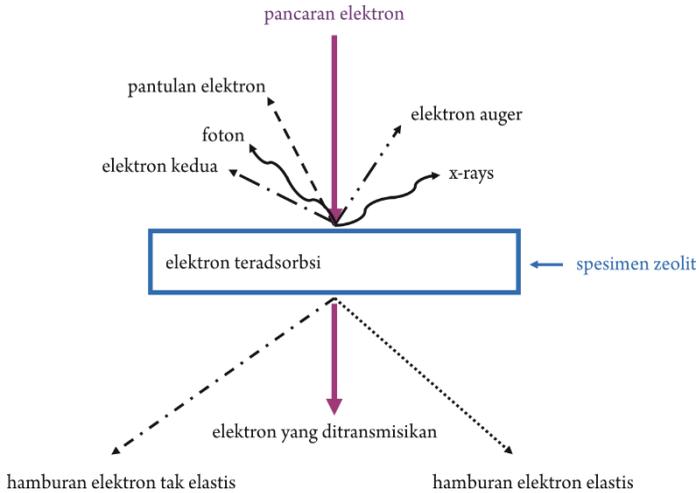
**Gambar 2.15** Skema *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Mikroskop Elektron, baik dalam bentuk *Scanning Electron Microscopy* (SEM) maupun *Transmission Electron Microscopy* (TEM) merupakan instrumentasi yang banyak digunakan dalam karakterisasi material anorganik. SEM dan TEM memberikan informasi terkait struktur suatu sampel dengan magnifikasi yang cukup luas. Keduanya dapat melengkapi mikroskop optik guna mempelajari tekstur, topografi, dan permukaan dari suatu sampel. Citra yang dihasilkan oleh SEM dan TEM memiliki kualitas tiga dimensi karena *depth of field* yang dimiliki instrumen ini (Goldstein et al., 2018). Adapun skema dari SEM dan TEM masing-masing ditunjukkan pada Gambar 2.15 dan Gambar 2.16.



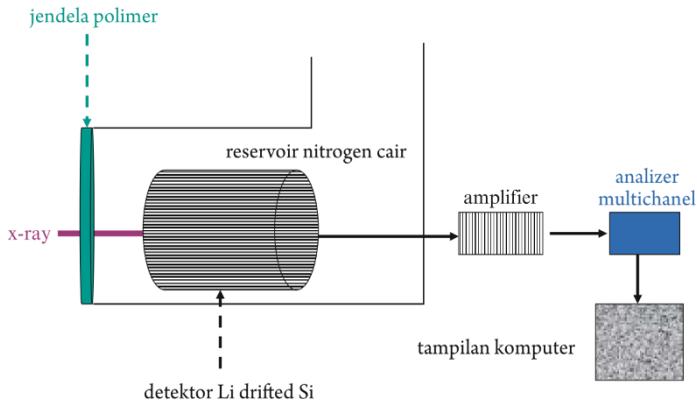
**Gambar 2.16** Skema Hibridisasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

SEM dan TEM memiliki dua bagian utama, yakni kolom elektron dan rangkaian alat pengontrol. Bagian pertama dalam mikroskop elektron ialah kolom elektron yang terdiri atas penembak electron, dua atau lebih buah lensa elektromagnetik yang berfungsi untuk mengarahkan sinar elektron menuju tabung evakuasi, kumparan dan perangkat untuk meletakkan spesimen. Dasar dari tabung elektron berisi popa vakum yang digunakan untuk menyerap gas-gas dalam tabung. Sementara itu, bagian kedua ialah rangkaian alat pengontrol yang terdiri atas detektor, layar yang menampilkan citra sinyal dari tabung sinar katoda (CRT) serta papan ketik komputer sebagai sumper kontrol (Goldstein et al., 2018).



**Gambar 2.17** Skema yang Menyajikan Sinyal Ketika Elektron Berinteraksi dengan Suatu Material pada Mikroskop Elektron

Prinsip kerja SEM dan TEM tidak jauh berbeda, sinar elektron berenergi tinggi ditembakkan menuju material hingga bertubrukan dengan atom-atom penyusun material dalam spesimen. Sinar elektron sebagian teradsorb dan sebagian ditransmisikan kemudian terbaca oleh detektor dan menghasilkan pola-pola yang tergambar antar titik sehingga menghasilkan suatu citra dari permukaan material. Tipe-tipe sinyal yang diproduksi oleh SEM dapat berupa *Secondary Electron* (SE), *Back-Scattered Electron* (BSE), dan Sinar-X. *Secondary Electron* (SE) digunakan untuk mengamati topologi dan morfologi sampel, sementara Sinar-X digunakan untuk mengetahui komposisi dari sampel yang diuji (Goldstein et al., 2018).



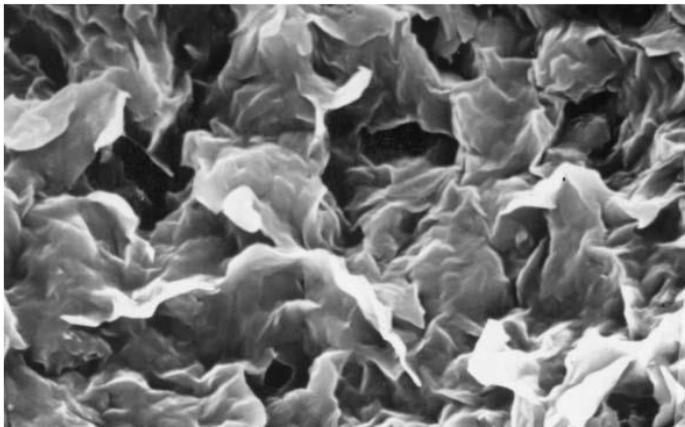
**Gambar 2.18** Skema Sistem Energi Dispersive Spectrometry (EDS).

Dalam penggunaannya umumnya SEM serta TEM dilengkapi dengan Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.18. EDS bekerja dengan mendeteksi sinyal dari Sinar-X yang dipancarkan dari hasil tumbukan antara unsur di dalam suatu material yang ditembakkan elektron berenergi tinggi pada saat penggunaan SEM maupun TEM. Jumlah emisi Sinar-X pada setiap unsur di dalam sampel sebanding dengan konsentrasi unsur dari sampel (Goldstein et al., 2018).

Sampel yang akan dilihat menggunakan SEM haruslah konduktif. Hal ini disebabkan prinsip instrumen SEM adalah menggunakan elektron. Jika sampel bersifat non konduktif, maka elektron akan terkumpul pada sampel dan berinteraksi dengan sinar elektron itu sendiri sehingga akan menghasilkan gambar yang tidak jelas atau blur. Untuk menghindari hal tersebut, maka sampel yang bersifat kurang atau non konduktif harus dilapisi dengan lapisan logam yang tipis (biasanya menggunakan emas

atau aluminium) terlebih dahulu (Atkins dan de Paula, 2010).

Morfologi pada material *montmorillonite* dapat dilihat pada Gambar 2.19. Citra SEM menunjukkan adanya lembaran-lembaran pada permukaan mineral. Partikel mineral smektit sangatlah kecil dan sulit untuk dilakukan identifikasi pada karakterisasi jenis ini (Murray, 2006). Namun setidaknya terdapat gambaran mengenai morfologi material yang diinginkan.



**Gambar 2.19** Morfologi permukaan *montmorillonite* yang diambil menggunakan citra SEM (Murray, 2006).

#### **2.3.4 Adsorpsi Desorpsi Isotermis Nitrogen**

Dalam adsorpsi nitrogen melibatkan adsorpsi secara fisik serta dalam konsep ini dikenal istilah *adsorbat* dan *adsorben*. Adsorbat merupakan fase gas yang teradsorp pada permukaan material, Sementara adsorben merupakan padatan yang mengadsorpsi gas atau dikenal juga dengan sebutan *substrat*. Dalam adsorpsi fisik, tekanan vakum dan

gas inert dengan jumlah tertentu pada temperature yang sangat rendah (77K) diadsorpsi pada permukaan material berpori. Adsorpsi-Desorpsi Isotermis Nitrogen ini berguna untuk menentukan luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori dari suatu sampel yang diteliti. Luas permukaan diukur dengan menghitung jumlah molekul yang menempel pada lapisan pertama, sedangkan distribusi ukuran pori ditentukan oleh tekanan kondensasi gas dalam pori. Bentuk dan ukuran pori material penting untuk diamati terutama yang berkaitan dengan adsorpsi suatu senyawa untuk menentukan proses difusi yang melewati material tersebut. Luas permukaan spesifik adalah luas permukaan partikel tiap satuan massa atau volume dari material yang dapat dijelaskan menggunakan teori adsorpsi atau teori BET (Adamson, 1960).

Teori Brunaur-Emmet-Teller (BET) merupakan persamaan yang hanya dapat digunakan untuk adsorpsi dengan nilai  $P/P_0$  berkisar antara 0,05 – 0,3 (Prasetyoko, 2015). Persamaan tersebut dapat diasumsikan bahwa:

- a. Terjadi adsorpsi *multy layer*, bahkan ada tekanan yang sangat diabaikan.
- b. Interaksi antar molekul yang teradsorpsi.
- c. Kecepatan adsorpsi yang mempunyai nilai yang sama dengan kecepatan desorpsi.
- d. Adsorben mempunyai permukaan yang homogen, yaitu mempunyai keadaan energi yang sama.

Secara matematis persamaan isotermal BET sebagai berikut:

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C - 1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} \quad (2.2)$$

Dimana,

V : Jumlah gas yang teradsorpsi pada tekanan P

V<sub>m</sub> : Jumlah gas dalam monolayer

P<sub>0</sub> : Tekanan penjenjihan

P : ∞ pada P = P<sub>0</sub>

C : Konstanta

Dimana nilai C merupakan  $\exp(\Delta H_{ad} - \Delta H_{cond} / RT)$ . Kemudian diplotkan grafik dengan  $\frac{P}{V(P_0 - P)}$  sebagai sumbu y dan  $\frac{P}{P_0}$  sebagai sumbu x. Dimana V<sub>m</sub> dapat diperoleh dari persamaan berikut:

$$V_m = \frac{1}{(\text{intersep} + \text{slope})} \quad (2.3)$$

Dengan intersep berupa  $\frac{1}{V_m C}$ , dan slope berupa  $\frac{C-1}{V_m C}$ . Berdasarkan persamaan sebelumnya, maka luas permukaan dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$SA = \frac{V_m}{0,0224} NA \times 10^{-19} \quad (2.4)$$

Dimana,

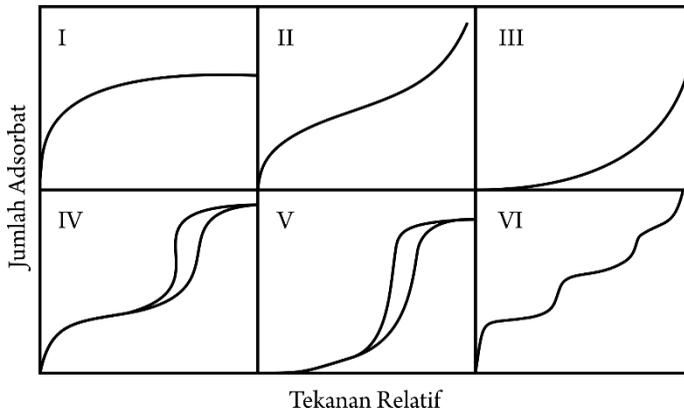
SA : Luas Permukaan

V<sub>m</sub> : Jumlah adsorbat cm<sup>3</sup>/g padatan

N : Bilangan Avogadro

A : Daerah penampang lintang secara molecular pada adsorbat (nm) (McCash, 2001).

Data dari analisa ini merupakan grafik adsorpsi-desorpsi isothermal. IUPAC mengklasifikasikan isothermal adsorpsi menjadi enam jenis seperti ditunjukkan pada Gambar 2.20.



**Gambar 2.20** Grafik tipe isothermal adsorpsi berdasarkan klasifikasi IUPAC (Burwell, 2013)

Menurut IUPAC (2013), grafik adsorpsi isothermal dapat diklarifikasikan menjadi 6 Tipe, yakni:

**Tipe I.** Tipe ini khas untuk fisorpsi gas pada padatan mikropori dan kemisorpsi. Tipe I ini mengikuti adsorpsi isothermal langmuir.

**Tipe II.** Tipe ini terlihat pada adsorpsi pada padatan non pori. Adsorpsinya multilayer yang dimulai pada titik B.

**Tipe III.** Grafik ini khas untuk uap, mislanya air pada padatan hidrofobik karbon aktif. Gaya kohesi yang kuat terjadi antarmolekul-molekul yang teradsorp.

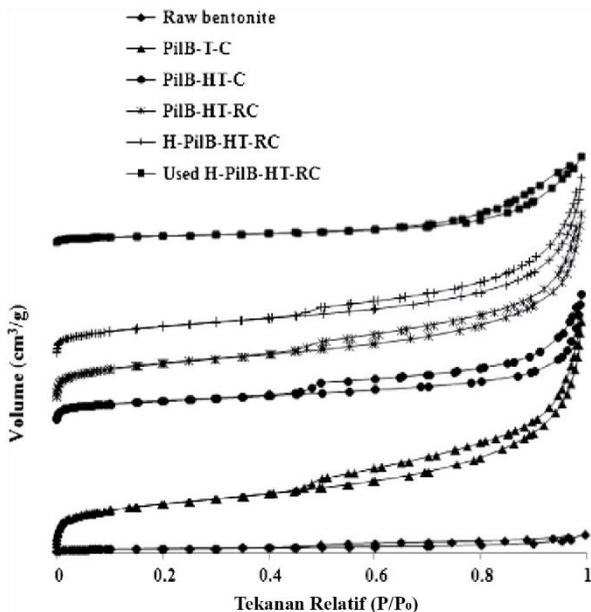
**Tipe IV.** Tipe IV mirip dengan tipe II pada tekanan rendah. Tetapi memperlihatkan loop histerisis yang disebabkan oleh adanya kondensasi kapiler dalam mesopori pada tekanan tinggi. Tipe IV khas untuk material mesopori.

**Tipe V.** Grafik ini khas untuk uap seperti halnya tipe III (mirip dengan tipe III pada tekanan rendah), tetapi terlihat adanya loop histerisis yang juga disebabkan oleh kondensasi kapiler pada mesopori pada tekanan tinggi.

**Tip** VI. Grafik isoterma seperti anak tangga, biasanya terlihat untuk adsorpsi nitrogen pada karbon tertentu.

Grafik adsorpsi isoterma material mesopori memiliki sifat yang khas yaitu adanya loop histerisis yang disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam mesopori. Dari grafik terlihat bahwa  $P/P_0 = 0$  gas yang teradsorpsi sangat sedikit dan daerah monolayer belum penuh. Dengan meningkatkan tekanan sampai  $P/P_0 < 0,1$ , mulai terjadi adsorpsi gas yang menjenuhi monolayer. Ketika tekanan dinaikkan lagi sampai  $P/P_0$  kira-kira 0,5 adsorpsi multilayer mulai terjadi, tetapi jumlah yang teradsorpsi tidak terlalu banyak sehingga *slope* grafiknya kecil. Interaksi molekul–molekul gas yang teradsorpsi pada dinding pori saling berhadapan mulai terjadi ketika tekanan mencapai  $P/P_0$  sekitar 0,7. Pengaplikasian tekanan yang lebih tinggi lagi yaitu sampai  $P/P_0 = 1$  menyebabkan molekul- molekul gas memenuhi mesopori. Kemudian, tekanan diturunkan untuk desorpsi gas, kurva isoterma menunjukkan terjadinya loop histerisis dimana jumlah gas yang terdesorpsi tidak sama dengan jumlah gas yang teradsorpsi di awal. Pada tekanan yang sama, jumlah gas yang tertinggal di permukaan material ketika desorpsi masih lebih banyak dibandingkan ketika adsorpsi (Adamson, 1960; Prasetyoko, 2015).

Beberapa metode digunakan untuk menentukan ukuran pori salah satunya adalah Barret-Joiner-Halenda (BJH), yang didasarkan pada persamaan kelvin tetapi menggantikan jari-jari pada model kelvin dengan ketebalan dari gas yang teradsorpsi. Metode ini dapat diaplikasikan ketika terjadi kondensasi kapiler pada isoterma tipe IV dan V. (Prasetyoko, 2015).



**Gambar 2.21** Hasil analisa Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen pada sampel bentonit teraktivasi asam (Jeenpadiphat dan Tungasmita, 2013).

Gambar 2.21 menunjukkan hasil analisa Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen dari sampel bentonit baik sebelum aktivasi dan sesudah aktivasi. Jelas terlihat bahwa loop histeris menunjukkan isothermis Tipe IV.

### 2.3.5 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer (Grinberg dan Rodriguez, 2016; Mulja dan Suharman, 1995).

Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif. Spektrofotometri ini banyak digunakan untuk mengukur besarnya energi yang diabsorpsi atau diteruskan. Sinar radiasi monokromatik akan melewati larutan yang mengandung zat yang dapat menyerap sinar radiasi tersebut (Mulja dan Suharman, 1995; Skoog et al., 2017).

Instrumen Spektrofotometri UV-Vis meliputi Sumber Cahaya, Monokromator, Kuvet, Detektor dan Visual Display/Recorder. Berikut ini merupakan perincian masing-masing instrumen:

**Sumber Cahaya.** Sumber cahaya yang biasa digunakan pada spektroskopi jenis ini adalah lampu wolfram. Pada daerah UV digunakan lampu hidrogen atau lampu deuterium. Keuntungan menggunakan lampu wolfram adalah energi radiasi yang dibebaskan tidak bervariasi pada panjang gelombang.

**Monokromator.** Instrumen ini merupakan alat yang akan memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) dengan komponen panjang gelombang tertentu. Monokromator terdiri dari celah (slit) masuk, filter, prisma, kisi (grating), celah (slit) keluar.

**Kuvet.** Instrumen ini merupakan wadah sampel yang akan dianalisis. Kuvet dari leburan silika (kuarsa) dipakai untuk analisis kualitatif dan kuantitatif pada daerah pengukuran 190-1100 nm. Sementara itu kuvet berbahan dasar gelas digunakan pada daerah pengukuran 380-1100 nm karena bahan tersebut mengabsorpsi radiasi UV.

**Detektor.** Instrumen ini akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan. Sinar kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh amplifier dan dalam rekorder akan ditampilkan dalam bentuk angka-angka pada reader atau komputer.

**Visual Display/Recorder.** Instrumen ini merupakan sistem baca yang memperagakan besarnya isyarat listrik, menyatakan dalam bentuk %Transmitan maupun Absorbansi (Triyati, 1985).

Cahaya yang diserap diukur sebagai Absorbansi (A) sedangkan cahaya yang hamburkan diukur sebagai Transmittansi (T), dinyatakan dengan Hukum Lambert-Beer atau Hukum Beer, berbunyi: "*Jumlah radiasi cahaya tampak (ultraviolet, inframerah dan sebagainya) yang diserap atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan*". Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, rumus yang digunakan untuk menghitung banyaknya cahaya yang hamburkan:

$$T = \frac{I_1}{I_0} \text{ atau } \%T = \frac{I_1}{I_0} \times 100\% \quad (2.5)$$

dan absorbansi dinyatakan dengan rumus:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_1}{I_0} \quad (2.6)$$

Dimana  $I_0$  merupakan intensitas cahaya datang dan  $I_1$  adalah intensitas cahaya setelah melewati sampel. Rumus yang diturunkan dari Hukum Beer dapat dituliskan sebagai:

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ atau } A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (2.7)$$

Dimana,

A : Absorbansi

a : Tetapan Absorbptivitas (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam ppm)

b : Tebal Larutan (tebal kuvet diperhitungkan juga, umumnya 1 cm)

c : Konsentrasi larutan yang diukur

$\epsilon$  : Tetapan Absorbptivitas Molar (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam molar) (Skoog et al., 2017).

Kapasitas *bleaching* dari CPO oleh adsorpsi zat warna menggunakan bentonit teraktivasi dihitung menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis. Kapasitas *bleaching* dihitung dengan menghitung nilai Absorbansi pada panjang gelombang tertentu, dan dirumuskan sebagai berikut:

$$\%BC = \frac{A_{\lambda}^0(CPO) - A_{\lambda}(Bleaching)}{A_{\lambda}^0(CPO)} \times 100\% \quad (2.8)$$

Dimana,  $A_{\lambda}$  merupakan intensitas Absorbansi dari panjang gelombang tertentu (Wu et al., 2006).

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahapan, yaitu standarisasi asam klorida yang digunakan dalam aktivasi bentonit. Tahap selanjutnya adalah pembuatan bleaching earth menggunakan bahan baku bentonit dengan variasi jenis bahan baku bentonit, rasio massa dengan volume asam klorida, serta waktu perlakuan aktivasi bentonit dengan asam klorida. Tahap terakhir adalah pengujian material pada minyak sawit mentah dan membandingkan hasilnya dengan material komersial atau yang umumnya disebut sebagai tonsil. Dari tahapan terakhir dapat dilakukan analisa pemisahan optimum pada bahan baku bentonit.

### **3.1 Alat dan Bahan**

#### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini berupa neraca analitik, oven, gelas ukur, labu takar, gelas kimia, spatula kaca dan logam, kaca arloji, pipet tetes, pipet ukur, botol timbang, erlenmeyer, buret, penyaring vakum, corong, klem dan statif, kertas saring, botol semprot, botol polipropilen, kertas pH, mortal dan alu, penyaring mesh, *magnetic hotplate stirrer*, *magnetic stirring*, Difraktogram X-Ray (XRD) X'Perd MPD (PANalytical, Belanda), Spektrometer *X-Ray Fluorescence* (XRF) Zetium (Malvern Panalytical), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) FlexSEM 1000 (Hitachi), Adsorpsi-Desorpsi Isotermal

Nitrogen 3Flex Versi 4.01, Spektrofotometri Ultraviolet-Sinar Tampak (UV-Vis) (Genesys 10S).

### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bentonit yang diperoleh dari Kecamatan Punung Kabupaten Pacitan, *Crude Palm Oil* (CPO) atau Minyak Sawit Mentah, Asam Klorida (HCl) Teknis, Natrium Hidroksida (NaOH) (Merck), *Fenolftalein* (Merck) Aquadest, Asam Oksalat (Merck) dan n-heksana (Merck).

## **3.2 Metode Penelitian**

### **3.2.1 Standarisasi Asam Klorida**

Standarisasi asam klorida dilakukan melalui metode titrasi balik dengan tahapan dibuat larutan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  dengan menimbang 63,000 mg  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  dan dilarutkan ke dalam 10 ml Aquademin di dalam erlenmeyer 50 ml.

NaOH dibuat dengan menimbang seberat 0,400 gram dan dilarutkan ke 100 ml labu takar. Penambahan Aquademin dilakukan hingga tanda batas.

Pengenceran HCl dibuat dengan mengencerkan 0,5 ml HCl 32% ke dalam labu takar sebesar 50 ml. Penambahan Aquademin dilakukan hingga mencapai tanda batas. Larutan HCl kemudian diambil 10 ml ke dalam erlenmeyer untuk dilakukan titrasi.

Standarisasi larutan NaOH dilakukan dengan memasukkan 25 ml larutan NaOH yang ingin diketahui konsentrasinya pada buret 25 ml. Kemudian larutan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  yang berada di dalam Erlenmeyer ditambahkan 2

tetes indikator *Fenolftalein* (PP). Larutan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  selanjutnya dititrasi dengan NaOH hingga muncul perubahan warna dan dicatat volume NaOH yang dibutuhkan untuk menitrasi  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Setelah konsentrasi NaOH diketahui, NaOH digunakan untuk menitrasi HCl Teknis. Larutan HCl ditambahkan 2 tetes indikator PP dan dititrasi hingga terjadi perubahan warna dan dicatat volume NaOH. Dari data hasil Volume NaOH dapat dihitung konsentrasi HCl Teknis (Hartanto, 2019).

### 3.2.2 Aktivasi Bentonit dengan Asam Klorida

Aktivasi bentonit dilakukan dengan dengan memanaskan bahan baku berupa bentonit selama 2 jam pada suhu  $105^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan kandungan air yang masih terikat di dalam struktur luar bentonit. Selanjutnya material ditimbang seberat 10,000 gram.

Asam klorida teknis diencerkan pada konsentrasi 5 M. Konsentrasi dipilih karena optimasi penggunaan *bleaching earth* dari bentonit teraktivasi berada pada konsentrasi tersebut. Sebanyak 48,08 ml HCl 32% Teknis dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml dan ditambahkan Aquadest hingga tanda batas. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam erlenmeyer berpenutup.

Tahap berikutnya adalah bahan baku berupa bentonit seberat 10 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi HCl 5 M sedikit demi sedikit dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Proses pengadukan dilakukan selama 18 jam. Pada penelitian ini, dilakukan variasi waktu perlakuan dengan asam selama 2 jam, 6 jam, 12 jam, dan 18 jam.

Setelah perlakuan dengan asam selesai, maka campuran dicuci dengan aquadest menggunakan metode dekantasi. Pencucian dilakukan sampai pH menunjukkan angka 5-6, kemudian dilanjutkan dengan penyaringan menggunakan pompa vakum. Material yang telah disaring selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 6 jam.

Material yang sudah kering kemudian dihaluskan menggunakan alu dan mortar dan kemudian disaring menggunakan alat penyaring dengan *mesh* 200. Material yang telah teraktivasi ini kemudian disimpan ke dalam wadah kedap udara untuk digunakan pada proses *bleaching* CPO. Pada penelitian ini, dilakukan variasi pada material bahan baku bentonit berupa bentonit yang telah dipisahkan dan diberi label “A” serta bentonit yang belum dipisahkan dan diberi label “B”. Selain itu juga dilakukan variasi pada perbandingan massa bentonit dengan volume asam saat proses aktivasi, yakni 10:30, 10:50, dan 10:100 (gr/ml). Setiap sampel diberi kode A30, A50, A100, B 30, B 50, dan B100.

### **3.2.3 Proses *Bleaching* atau Pemucatan *Crude Palm Oil* (CPO)**

Proses *bleaching* dilakukan dengan mencampurkan bentonit teraktivasi asam dengan CPO pada suhu tertentu. Bentonit teraktivasi asam ditimbang seberat 2,5000 gram. CPO dipanaskan hingga bentuk semi-padat menjadi mencair. CPO yang telah mencair kemudian diambil menggunakan gelas ukur sebanyak 25 ml dan dimasukkan ke dalam gelas beker 50 ml, selanjutnya dipanaskan hingga suhu mencapai 90-95°C. Bentonit teraktivasi asam

sebanyak 2,5000 gram dimasukkan sedikit demi sedikit dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Proses pengadukan berlangsung selama 30 menit dan suhu dijaga pada 90-95°C.

Minyak yang telah melalui proses *bleaching* kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman 41. Minyak hasil *bleaching* kemudian disimpan ke dalam wadah berukuran 10 ml.

### **3.3 Karakterisasi Material dan Hasil *Bleaching* CPO**

#### **3.3.1 X-Ray Fluorescence (XRF)**

Kandungan unsur-unsur yang terdapat pada material dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) di Laboratorium Energi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Pengujian dilakukan pada suhu 23,3°C dengan kelembaban 63%. Medium yang digunakan adalah gas Helium dengan energi 14 kV. Sampel ditempatkan pada holder yang telah disediakan kemudian dilakukan analisa. Hasil karakterisasi berupa grafik dan presentase total kandungan unsur baik berupa unsur maupun oksidanya.

#### **3.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)**

Kristalinitas dan struktur kristal material bentonit teraktivasi asam dikarakterisasi dengan menggunakan XRD yang dilakukan di Laboratorium Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya. Pola hamburan difraksi didapatkan dengan difraktometer *X-ray* menggunakan radiasi  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ), dengan tegangan percepatan dan arus

berturut-turut 40 kV dan 30 mA. Analisis dilakukan dengan sudut  $2\theta$  dari  $5-50^\circ$  dengan interval scan 0,0167. Sampel ditempatkan pada holder yang telah disediakan. Hasil karakterisasi berupa difraktogram dengan sumbu x adalah  $2\theta$  dan sumbu y adalah intensitas puncak difraksi.

### **3.3.3 Adsorpsi-Desorpsi Isotermis Nitrogen**

Luas permukaan, volume total pori, dan ukuran rata-rata pori dari material bentonit teraktivasi asam dikarakterisasi dengan menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Isotermis Nitrogen di Universiti Teknologi Malaysia. Sampel di-*degassing* pada suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 10 jam sebelum pengujian untuk menghilangkan gas yang teradsorp pada sampel. Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET) digunakan untuk menentukan luas area spesifik (*s*BET). Untuk mengukur distribusi pori digunakan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) pada hasil fisisorpsi  $\text{N}_2$

### **3.3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Laboratorium Departemen Teknik Mesin, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya untuk mengetahui karakteristik morfologi dan ukuran partikel dari material bentonit teraktivasi asam. Preparasi sampel dilakukan dengan meletakkan sedikit sampel pada permukaan pan. Kemudian dilakukan proses *coating* (dilapisi) berupa Au-Pd (emas-paladium) untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif. Selanjutnya sampel yang telah *dicoating* dimasukkan dalam *sample chamber* untuk dideteksi oleh detektor SEM.

### 3.3.5 Spektrofotometri UV-Vis

Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis dilakukan di Laboratorium Kimia Material dan Energi Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya untuk menganalisa proses *bleaching*. Minyak hasil proses *bleaching* dilarutkan ke dalam pelarut n-heksana. Pengenceran dilakukan sebesar 2 kali dan 100 kali untuk CPO. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dilakukan *scanning* pada Panjang gelombang 200-700 nm.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

Aktivasi bentonit menggunakan asam klorida telah dilakukan dengan konsentrasi 5 M. Penelitian dilakukan dengan menentukan waktu terbaik dalam proses aktivasi material. Waktu pengativan bervariasi mulai dari 2, 6, 12 dan 18 jam. Diharapkan waktu terbaik dalam proses aktivasi dengan asam adalah selama 18 jam. Untuk material, variasi dalam penelitian ini merupakan jenis bahan baku bentonit berupa bentonit yang telah dipisahkan yang belum dipisahkan. Masing-masing sampel divariasikan pada perbandingan massa bentonit dengan volume asam saat proses aktivasi, yakni 10:30, 10:50, dan 10:100 (gr/ml). Dari hasil analisa fisik secara kualitatif terlihat bahwa sampel dengan kode A30 memiliki kemampuan *bleaching* yang lebih baik dari sampel-sampel lain.

### **4.1 Pembuatan Material *Bleaching Earth***

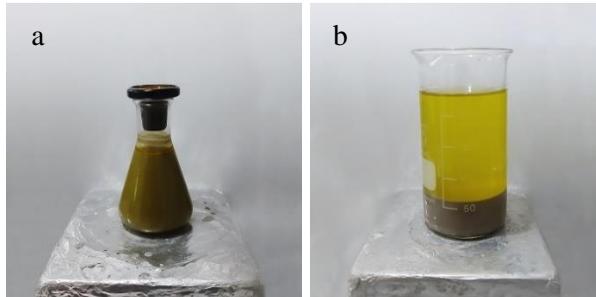
Aktivasi bentonit Pacitan dilakukan dengan mereaksikan material dengan asam klorida. Aktivasi menggunakan asam klorida dilakukan pada konsentrasi sebesar 5M. Hal ini didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Tanjaya dkk, yang menyatakan bahwa hasil optimum material bentonit teraktivasi adalah dengan asam klorida dengan konsentrasi 5M (Tanjaya et al., 2007).

Pada penelitian ini, asam yang digunakan merupakan asam klorida teknis dengan konsentrasi 32%. Hasil standarisasi dengan menggunakan asam oksalat melalui

titrasi balik dengan NaOH didapatkan konsentrasi asam klorida sebesar 10,4 M. Pemilihan asam dilakukan karena penelitian ini didasarkan pada nilai ekonomis, mudah untuk dilakukan, dan tidak memerlukan banyak energi untuk menghasilkan material yang baik.

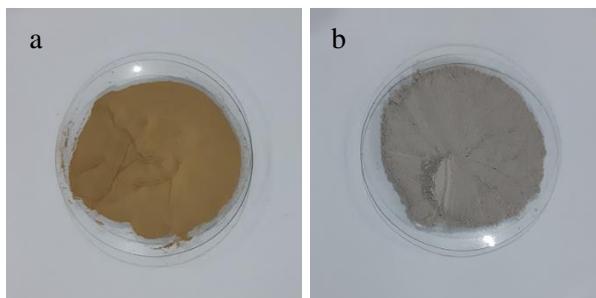
Bahan baku bentonit yang digunakan berasal dari dua jenis material, pertama adalah material yang telah dipisahkan dan yang kedua adalah material yang belum dipisahkan. Pembuatan *bleaching earth* diawali dengan bahan baku bentonit dipanaskan pada suhu 105°C selama dua jam untuk mengurangi kadar air yang terkandung dalam bentonit. Kemudian ditimbang seberat 10,000 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi asam klorida dengan konsentrasi 5 M sebesar 100 ml. Variasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah perbandingan massa bentonit dengan volume asam klorida, masing-masing sebesar 10:100, 10:50, dan 10:30. Material diaduk selama 18 jam sebagai waktu optimum dan kemudian dilakukan dekantasi. Material dicuci menggunakan aquadest hingga pH menunjukkan pada angka sekitar 5. Tahap selanjutnya adalah pengeringan pada suhu 105°C selama 6 jam, dilanjutkan dengan penghalusan material. Penambahan asam klorida bermaksud untuk mengaktivasi bentonit. Kation yang berada di dalam lapisan interlayer dapat digantikan dengan proton dari asam klorida. Selain itu pertukaran kation dengan proton yang terjadi pada tetrahedral dan octahedral mengakibatkan peningkatan jarak antar lapisan sehingga memperbesar luas permukaan spesifik dari material yang teraktivasi (Jeenpadiphat dan Tungasmita, 2013).

Campuran bentonit dengan asam klorida menghasilkan warna hijau kecoklatan, namun setelah proses pencucian warna material berubah menjadi abu-abu gelap sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1** Proses aktivasi bentonit, (a) Pengadukan bentonit dengan asam klorida dan (b) Proses dekantasi

Perubahan secara signifikan terjadi pada warna sebelum dan sesudah aktivasi, dimana warna sebelum aktivasi adalah kecoklatan dan setelah aktivasi menjadi abu-abu terang. Material bentonit teraktivasi asam dapat dilihat pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2** Material (a) Bentonit sebelum aktivasi dan (b) Bentonit setelah aktivasi.

## 4.2 Analisa Material *Bleaching Earth*

### 4.2.1 Analisa Material Menggunakan Uji *X-Ray Fluorescence (XRF)*

Analisa *X-Ray Fluorescence* digunakan untuk mengetahui komposisi mineral dari material yang diujikan. Uji ini dilakukan pada material dengan kondisi optimum dalam penggunaannya sebagai *bleaching earth*, yakni sampel A30. Sampel dibandingkan dengan bahan bakunya, yakni bentonit yang sudah dilakukan pemisahan dengan kode sampel A. Tabel 4.1 menunjukkan analisa oksida mineral dari bentonit sebelum dan sesudah perlakuan dengan asam klorida dengan konsentrasi sebesar 5 M.

Dalam analisa yang telah dilakukan, terlihat bahwa terjadi penurunan kation dalam interlayer akibat adanya perlakuan dengan asam klorida, sehingga persentase  $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{K}^+$  mengalami kenaikan. Munculnya kandungan  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ti}^{4+}$  dikarenakan oleh adanya pengotor seperti *micas* dan *feldspars* yang tidak larut dalam air (Foletto et al., 2011). Penurunan yang signifikan terjadi pada CaO, dimana penurunan ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh David, dkk (2014). Penurunan tersebut diakibatkan oleh larutnya ion kalsium selama perlakuan dengan asam (D'Amico et al., 2014). Selain itu terlihat bahwa rasio  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mengalami kenaikan akibat perlakuan dengan asam klorida 5 M. Hal tersebut secara tersirat dapat dinyatakan bahwa aktivasi dengan asam klorida telah meningkatkan sifat zeolitik dari bentonit (Meesuk dan Worasith, 2006).

**Tabel 4.1** Hasil analisa XRF, dinyatakan dalam bentuk oksida (%)

	<b>Sebelum (A)</b>	<b>Sesudah (A30)</b>
SiO <sub>2</sub>	42,400	64,700
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16,000	20,800
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26,200	9,660
CaO	2,630	0,530
TiO <sub>2</sub>	1,930	2,410
K <sub>2</sub> O	0,520	0,620
MnO	0,170	0,048
CuO	0,075	0,040
ZnO	0,040	0,000
r	2,650	3,110

Keterangan:

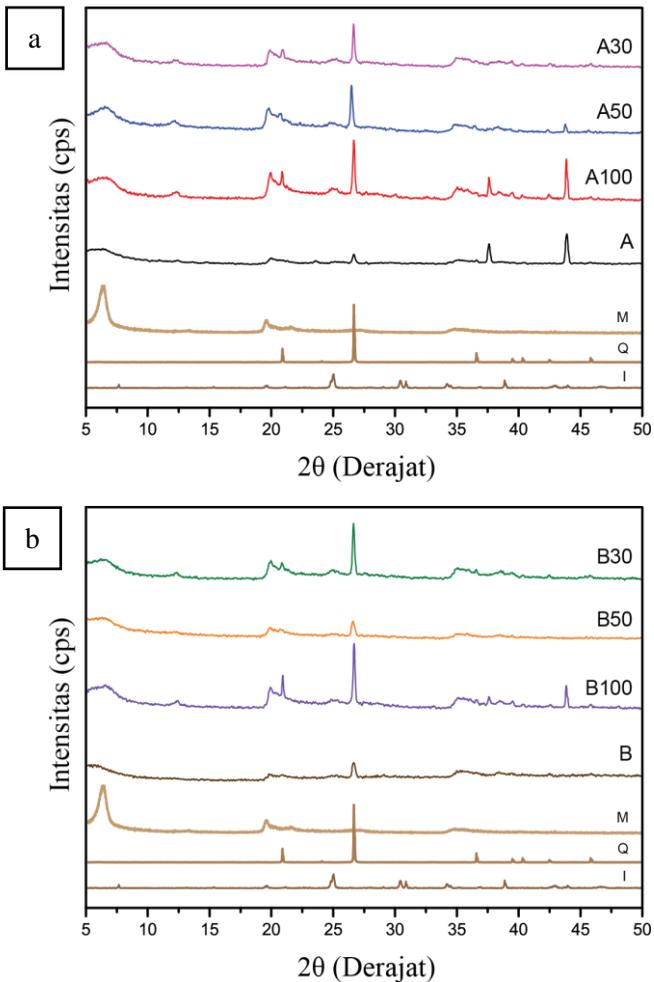
r = Rasio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### **4.2.2 Analisa X-Ray Diffraction (XRD)**

Aktivasi bentonit dari Pacitan telah berhasil dilakukan dengan metode aktivasi menggunakan asam klorida 5 M. Bahan baku bentonit dan bentonit yang telah teraktivasi dikarakterisasi menggunakan Difraktometer *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical X'Pert MPD dengan radiasi sumber Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ). Pemindaian sudut  $2\theta$  dilakukan antara  $5-50^\circ$  dengan interval sebesar  $0,0167^\circ$ . Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan dalam identifikasi fasa kristal, struktur, dan kristalinitas padatan hasil aktivasi maupun bahan baku bentonit.

Dalam penelitian ini sampel dibandingkan antara material bahan baku bentonit diantaranya adalah bahan

baku yang telah dipisahkan dan diberi label A, serta bahan baku yang belum dipisahkan dan diberi label B.



**Gambar 4.3** Difraktogram X-Ray dari Bentonit Baku Pacitan dan Bentonit Teraktivasi Asam Klorida (a) Sudah Dipisahkan dan (b) Belum Dipisahkan.

Hasil analisa XRD memperlihatkan bahwa kedua bahan baku bentonit memiliki komponen utama berupa *montmorillonite*. Sementara itu juga tampak karakteristik dari pengotor seperti *quartz*, *illite*, *zeolite*, *crystalite* (Al-Essa, 2018).

Secara keseluruhan, aktivasi bentonit menggunakan asam klorida menyebabkan intensitas puncak mengalami kenaikan, meskipun di beberapa puncak mengalami penurunan. Penurunan yang terjadi sebagai akibat dari larutnya sebagian pengotor yang terdapat pada bahan baku bentonit. Namun jika dilihat dari variasi yang ada memperlihatkan bahwa semakin rendah volume asam maka intensitas puncak mengalami penurunan. Penurunan intensitas tersebut menunjukkan bahwa kristalinitas bentonit sangat dipengaruhi oleh aktivasi asam, sehingga kristalinitas bentonit menurun. Hal tersebut menandakan bahwa proses aktivasi mengakibatkan fasa bentonit menjadi lebih amorf (Al-Essa, 2018).

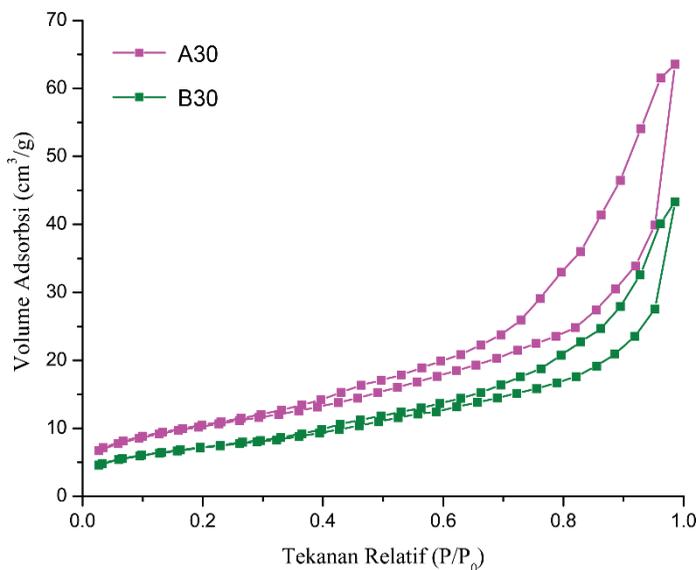
Selain itu, hasil karakterisasi dari bentonit teraktivasi menunjukkan bahwa adanya pergerakan atau pergeseran posisi puncak misalnya pada  $2\theta$  sebesar  $6,48^\circ$ ;  $19,6-19,64^\circ$  dan  $34-35^\circ$ . Pergeseran tersebut terkait dengan adanya perubahan jarak pada lapisan dalam atau interlayer. Hal tersebut merupakan indikasi adanya pengelupasan lapisan tetrahedral dan octahedral serta pelepasan kation struktural, sehingga mengakibatkan adanya jarak yang lebih lebar (Christidis et al., 1997). Hal ini sesuai dengan penjelasan lain bahwa asam menyerang beberapa lapisan bentonit oktahedral untuk membentuk lapisan kation asam, sehingga mengakibatkan adanya peningkatan luas permukaan spesifik bentonit (Meesuk dan Worasith, 2006).

Dari penjelasan yang telah disebutkan, analisis XRD memberikan gambaran yang baik bahwa daya adsorpsi bentonit yang telah teraktivasi asam klorida mengalami peningkatan. Analisa XRD memiliki kesesuaian dengan analisa pada XRF dimana terdapat pengotor dan berkurangnya kation struktural dalam bentonit yang teraktivasi asam.

#### **4.2.3 Karakteristik Luas Permukaan BET**

Luas permukaan bentonit teraktivasi asam dianalisa menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen. Pengukuran luas permukaan bentonit teraktivasi asam dalam karakterisasi ini digunakan metode Brauauer-Emmet-Teller (BET). Metode ini melibatkan gas inert  $N_2$  yang digunakan sebagai adsorbat, yakni fase gas yang teradsorp pada permukaan material. Sementara itu material yang dianalisa merupakan padatan bentonit yang medadsorp gas nitrogen, umumnya dikenal sebagai adsorben atau substrat.

Proses adsorpsi terjadi secara multilayer dan diasumsikan bahwa permukaan memiliki energi yang sama dengan jenis ikatan yang terjadi antara adsorben dan adsorbat. Ikatan tersebut setara dengan ikatan secara fisik (*Van der Waals*). Luas permukaan diukur dengan menghitung jumlah molekul yang menempel pada lapisan pertama, sedangkan ukuran pori-pori ditentukan oleh tekanan kondensasi gas dalam pori atau yang disebut dengan metode Barret-Joiner-Halenda (BJH). Hasil yang diperoleh berupa kurva isotherm yang didapatkan dari plot grafik tekanan gas ( $P/P_0$ ) terhadap volume gas nitrogen yang teradsorpsi dan terdesorpsi (Bikerman, 1960).



**Gambar 4.4** Kurva Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen dari sampel A30 (—■—) dan B30 (—■—)

Kurva hasil analisa Adsorpsi-Desorpsi Isotermis Nitrogen dari bentonit teraktivasi asam ditampilkan pada Gambar 4.4. Dari gambar kurva menunjukkan bahwa adanya ciri kurva isothermal tipe IV, meskipun pendekatannya lebih mengarah pada tipe V. Hal ini terjadi karena interaksi antara molekul nitrogen lebih kuat daripada interaksi antara nitrogen dengan material (Bikerman, 1960). Adanya *loop* histeris pada tekanan 0,2-1 merupakan akibat adanya perbedaan jumlah gas nitrogen yang teradsorpsi maupun terdesorpsi pada tekanan relatif ( $P/P_0$ ) yang sama. Loop histeris tersebut berkaitan dengan kondensasi kapiler dan menunjukkan adanya struktur pilar oksida silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan lapisan smektit (Haul, 1982).

Ukuran *loop* histeris yang besar mencerminkan adanya peningkatan diameter pori yang lebih besar. Dengan demikian, terjadi peningkatan jarak antar lapisan atau interlayer pada bentonit yang teraktivasi. Akibatnya adalah terjadi peningkatan luas permukaan, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2** Data luas permukaan BET, volume pori total, dan diameter rata-rata pori dari material A, A30, B, dan B30.

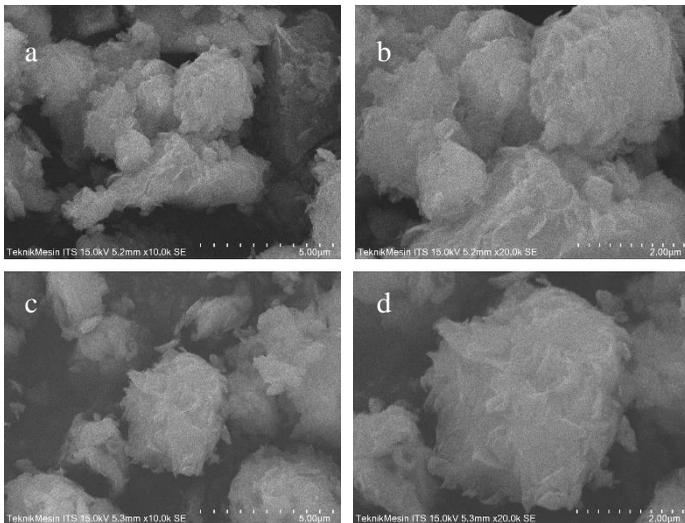
	Luas Permukaan BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) $S_{\text{BET}}$	Volume Pori Total ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) $V_{\text{T}}$	Diameter Rata-Rata Pori (nm)
A	89,003	0,501	1,754
A30	441,946	1,174	5,313
B	121,011	0,598	1,918
B30	388,986	1,014	5,212

Dari data tabel menjelaskan bahwa aktivasi bentonit dengan asam klorida telah berhasil secara signifikan meningkatkan luas permukaan spesifik BET dibandingkan dengan bahan baku bentonit itu sendiri. Nilai luas permukaan tertinggi dicapai pada jenis bentonit yang telah dipisahkan. Pemisahan tersebut bertujuan untuk mengurangi komponen-komponen pengotor sehingga didapatkan lebih banyak material bentonit yang lebih tinggi. Hasil menunjukkan bahwa Luas Permukaan Spesifik ( $S_{\text{BET}}$ ) dari bentonit teraktivasi asam pada material

yang telah dipisahkan adalah sebesar 441,946 m<sup>2</sup>/g, dengan Volume Pori Total (V<sub>T</sub>) sebesar 1,174 cm<sup>3</sup>/g dan Rata-Rata Ukuran Pori sebesar 5,313 nm. Sementara itu, Luas Permukaan Spesifik (S<sub>BET</sub>) dari bentonit teraktivasi asam pada material yang belum mengalami proses pemisahan adalah sebesar 388,986 m<sup>2</sup>/g. Dengan Volume Pori Total (V<sub>T</sub>) sebesar 1,014 cm<sup>3</sup>/g dengan Rata-Rata Ukuran Pori sebesar 5,212 nm. Peningkatan luas permukaan ini relatif tinggi, karena material bahan baku bentonit yang sudah dipisahkan memiliki luas permukaan sebesar 121,011 m<sup>2</sup>/g, dan yang belum dipisahkan memiliki luas permukaan sebesar 98,003 m<sup>2</sup>/g. Peningkatan luas permukaan ini merupakan akibat dari runtuhnya kation pada lapisan interlayer akibat aktivasi menggunakan asam sehingga jarak antar layer menjadi semakin besar (Jeenpadiphat dan Tungasmita, 2013).

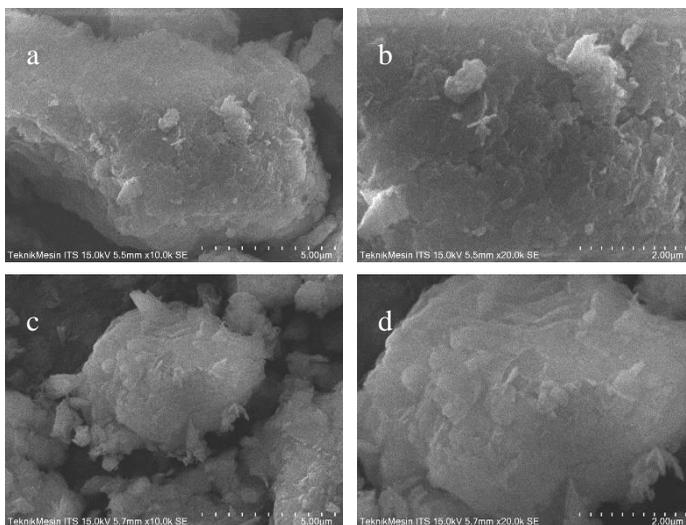
#### **4.2.4 Morfolgi Material Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)**

Morfologi permukaan pada material bentonit sebelum dan setelah aktivasi dilakukan dengan menggunakan analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Analisa dilakukan pada sampel bentonit sebelum aktivasi baik yang telah dipisahkan maupun belum dipisahkan. Selain itu, sampel yang telah dilakukan aktivasi dipilih melalui kemampuan terbaik dalam proses *bleaching*, yakni sampel dengan kode A30 dan B30.



**Gambar 4.5** Gambar SEM pada material bentonit yang telah dipisahkan sebelum aktivasi (a) A pada perbesaran 10.000 kali, (b) A pada perbesaran 20.000 kali, dan bentonit setelah aktivasi (c) A30 pada perbesaran 10.000 kali, serta (d) A30 pada perbesaran 20.000 kali.

Gambar 4.5 menunjukkan karakteristik pada sampel dengan kode A dan A30. Perbesaran dilakukan pada 10.000 dan 20.000 kali. Dari gambar SEM memperlihatkan bahwa ukuran kedua partikel memiliki perbedaan yang relatif signifikan, sehingga sesuai dengan hasil karakterisasi sebelumnya bahwa material yang teraktivasi memiliki luas permukaan yang lebih besar. Selain itu terlihat lapisan-lapisan yang tampak mengelupas, sehingga lapisan tersebut meningkatkan luas permukaan dan memungkinkan lapisan interlayer dari bentonit teraktivasi mengikat molekul-molekul dan logam berat pada *Crude Palm Oil* terutama molekul zat warna.



**Gambar 4.6** Gambar SEM pada material bentonit tanpa pemisahan sebelum aktivasi (a) B pada perbesaran 10.000 kali, (b) B pada perbesaran 20.000 kali, dan bentonit setelah aktivasi (c) B30 pada perbesaran 10.000 kali, serta (d) B30 pada perbesaran 20.000 kali.

Hal yang serupa terjadi pada bentonit yang belum dipisahkan. Namun ukuran material bentonit jenis ini lebih besar daripada yang telah dipisahkan, sehingga memiliki korelasi pada kemampuan *bleaching* yang tidak lebih baik daripada bentonit yang telah dipisahkan. Morfologi permukaan material jenis ini dapat dilihat pada Gambar 4.6.

### 4.3 Analisa Kemampuan *Bleaching*

Proses *bleaching* dilakukan dengan memasukkan *Crude Palm Oil* yang telah dipanaskan sebelumnya sebesar 25 ml ke dalam gelas beker. Kemudian dipanaskan hingga

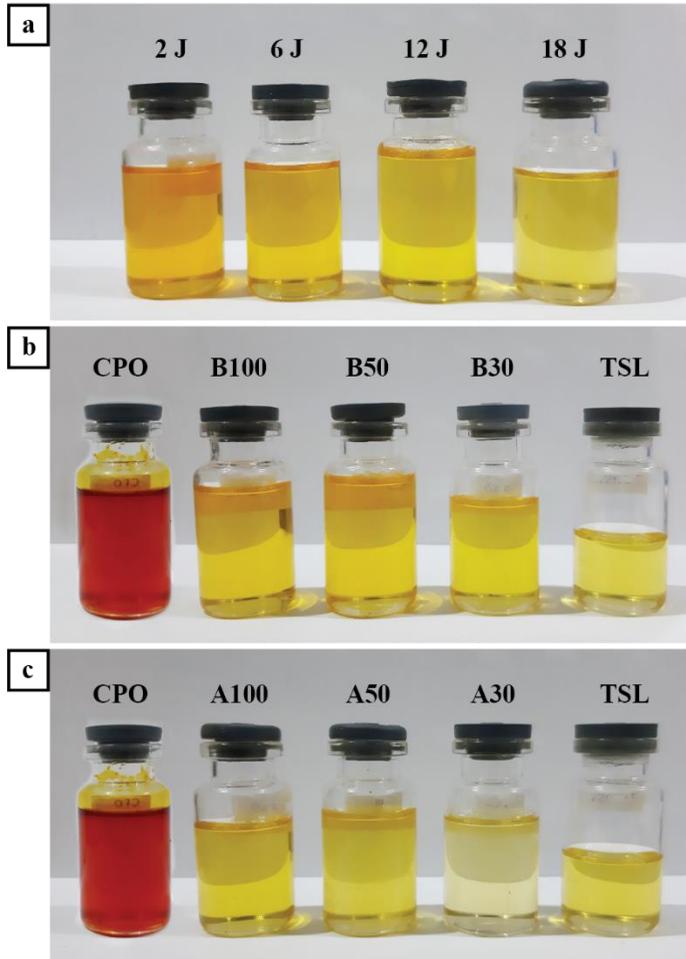
mencapai suhu 90°C dan ditambahkan 2,500 gram bentonit teraktivasi asam dan diaduk selama 30 menit dan suhu dijaga pada 90-95°C. Suhu tersebut merupakan suhu optimum dalam proses *bleaching* (Meesuk dan Worasith, 2006). Perubahan warna terjadi dari jingga kemerahan menjadi hitam pekat. Kemudian minyak disaring dan dianalisa menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Perubahan warna dan proses penyaringan dapat dilihat pada Gambar 4.7.



**Gambar 4.7** Proses (a) *Bleaching* dan (b) Penyaringan

Variasi waktu dilakukan untuk mengetahui waktu optimum perlakuan bentonit terhadap asam dan dihasilkan bahwa, semakin lama waktu perlakuan asam pada material maka semakin banyak warna yang hilang dari CPO. Waktu terbaik dalam proses pembuatan bentonit teraktivasi asam adalah 18 jam. Untuk material teraktivasi dengan jenis bentonit yang belum dipisahkan, yakni sampel B30, B50, dan B100 memperlihatkan hasil performa *bleaching* yang tidak berbeda secara signifikan. Namun proses *bleaching* terbaik terlihat pada sampel dengan kode B30. Sementara itu, untuk sampel dengan jenis bentonit yang telah dipisahkan memperlihatkan performa *bleaching* terbaik pada sampel A30. Performa material yang dihasilkan lebih

baik dari material Tonsile, bahkan sampel dengan kode A50 memiliki performa yang hampir sama dengan Tonsile. Hasil performa *bleaching* pada CPO ditunjukkan pada Gambar 4.8.



**Gambar 4.8** Hasil performa *bleaching* pada CPO dengan material bentonit teraktivasi pada (a) Variasi waktu

pembuatan bentonit teraktivasi, (b) Jenis bentonit yang belum melalui proses pemisahan, dan (c) Jenis bentonit yang melalui proses aktivasi

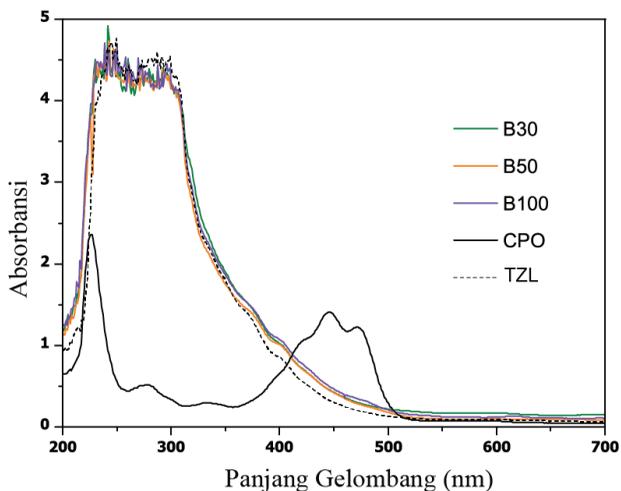
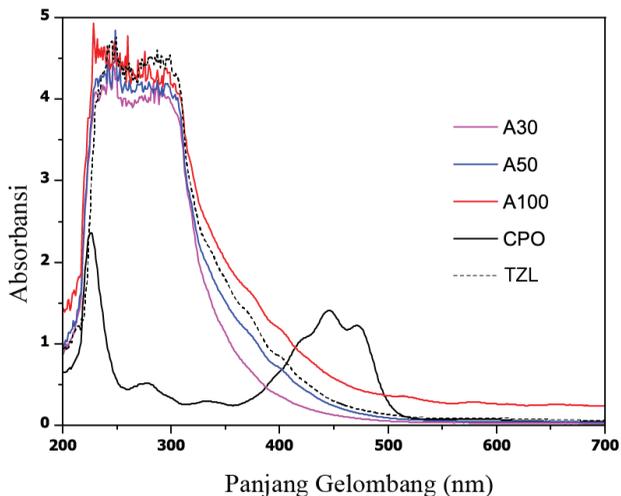
**Tabel 4.3** Efisiensi *bleaching* pada CPO menggunakan bentonit teraktivasi Asam.

Sampel	Performa <i>Bleaching</i>		
	%BC $\lambda_{446}$	%BC $\lambda_{471}$	
Bentonit	A30	99,83	99,88
dengan	A50	99,65	99,77
Pemisahan	A100	99,15	99,29
Bentonit	B30	99,37	99,52
Tanpa	B50	99,38	99,55
Pemisahan	B100	99,31	99,45
Tonsile		99,57	99,69

Spektra UV-Vis dari *Crude Palm Oil* murni dan yang telah melalui proses *bleaching* menggunakan bentonit teraktivasi asam ditunjukkan pada Gambar 4.9. Spektrum serapan direkam pada panjang gelombang antara 200 nm hingga 700 nm dan memperlihatkan karakteristik 2 puncak pada sampel CPO. Sampel CPO dilakukan pengenceran 100 kali, sedangkan untuk sampel yang lain dilakukan pengenceran sebesar 2 kali.

Penyerapan maksimum terjadi pada spektrum serapan sampel A30, yang menunjukkan performa *bleaching* dari bentonit teraktivasi asam efektif untuk menghilangkan hampir seluruh komponen yang tidak diinginkan seperti zat warna. Performa *bleaching* dalam bentonit teraktivasi asam pada CPO diperlihatkan pada Tabel 4.3. Kapasitas *bleaching* pada sampel A30 masing-masing sebesar 99,83% dan 99,88%. Sementara itu Tonsile memiliki kapasitas *bleaching* yang lebih rendah dari sampel A30 dan A50. Sampel dengan bahan baku bentonit yang belum mengalami proses pemisahan memperlihatkan karakter

yang hampir sama satu sama lain, semakin sedikit volume asam maka semakin besar performa *bleaching* pada CPO.



**Gambar 4.9** Spektra absorpsi UV-Vis dari proses bleaching pada CPO

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa aktivasi bentonit dari Pacitan menggunakan asam klorida dengan biaya dan energi yang lebih rendah telah berhasil dilakukan. Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan bahwa terjadi penurunan kation dalam interlayer akibat adanya perlakuan dengan asam klorida, sehingga persentase  $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{K}^+$  mengalami kenaikan. Munculnya kandungan  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ti}^{4+}$  karena adanya pengotor seperti *micas* dan *feldspars* yang tidak larut dalam air. Hasil analisa menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) menunjukkan bahwa kedua bahan baku bentonit memiliki komponen utama berupa *montmorillonite*. Sementara itu juga tampak karakteristik dari pengotor seperti *quartz*, *illite*, *zeolite*, *crystalite*. Luas permukaan spesifik dikarakterisasi menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Isotermis Nitrogen. Dihasilkan peningkatan luas permukaan pada sampel setelah dilakukan aktivasi. Untuk sampel dengan bentonit yang telah melalui proses pemisahan, peningkatan luas permukaan masing-masing sebesar 89,003 m<sup>2</sup>/g dan 441,946 m<sup>2</sup>/g. Di sisi lain untuk sampel bentonit yang belum melalui proses pemisahan, peningkatan luas permukaan masing-masing sebesar 121,011 m<sup>2</sup>/g dan 388,986 m<sup>2</sup>/g. Morfologi permukaan bentonit teraktivasi asam dikarakterisasi menggunakan SEM, dan dihasilkan bahwa material sebelum aktivasi memiliki ukuran yang

lebih besar. Selain itu, pada bentonit teraktivasi asam menunjukkan adanya lapisan lapisan yang mengelupas pada permukaan sehingga memberikan bukti bahwa luas permukaan mengalami kenaikan.

Performa *bleaching* diuji dengan menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. Sampel CPO yang telah diproses dianalisa pada panjang gelombang 200-700 nm. Kapasitas *bleaching* terbaik didapatkan pada sampel dengan kode A30. *Bleaching Earth* komersial atau yang diberi nama Tonsile memiliki kapasitas *bleaching* yang lebih rendah daripada sampel dengan kode A30 dan A50. Untuk sampel dengan kode B30, B50, dan B100 memiliki kapasitas *bleaching* yang tidak jauh berbeda.

## **5.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah pembuatan material yang jauh lebih ekonomis, sehingga biaya untuk melakukan pembuatan skala besar atau komersial dapat dilakukan. Selain itu kajian pada penelitian ini dapat digunakan untuk program pembuatan usaha.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., 1960. *Physical Chemistry of Surfaces*. Interscience Publishers.
- Al-Essa, K., 2018. Activation of Jordanian Bentonite by Hydrochloric Acid and Its Potential for Olive Mill Wastewater Enhanced Treatment. *Journal of Chemistry* 2018.
- Amdy, D.V.A., 2012. Pengukuran Koefisien Ekspansi Linear Logam Besi dan Besi Tuang dengan Menggunakan Fiber Coupler (Thesis (S1)). Universitas Airlangga, Surabaya.
- Atkins, P., de Paula, J., 2010. *Atkins' Physical Chemistry*. OUP Oxford.
- Babaki, H., Salem, A., Jafarizad, A., 2008. Kinetic model for the isothermal activation of bentonite by sulfuric acid. *Materials Chemistry and Physics* 108, 263–268.
- Badan Pusat Statistik, 2018. *Statistik Kelapa Sawit Indonesia 2017*. Badan Pusat Statistik.
- Bahri, S., 2014. Pengaruh Adsorben Bentonit terhadap Kualitas Pemucatan Minyak Inti Sawit. *Jurnal Dinamika Penelitian Industri* 25, 63–69.
- Bikerman, J.J., 1960. *Physical chemistry of surfaces*, ARTHUR W. ADAMSON. Interscience Publishers, New York-London, 1960, XIV + 629 pp. \$12.75. *Journal of Polymer Science* 47, 536–537.
- Bloch, J., Charbonnelle, J., Kayser, F., 1953. The oxidizing power of montmorillonite: Cr hebd. *Sdanc. Acad. Sci. Paris* 237, 57–59.

- Boukerroui, A., Ouali, M.-S., 2002. Edible oil bleaching with a bentonite activated by micro wave irradiation. *Annales de Chimie Science des Matériaux* 27, 73–81.
- Buchari, B., Harsini, M., 1996. Karakterisasi Bentonit Pacitan. *Indonesian Journal of Applied Chemistry* 6.
- Burwell, R.L., 2013. *Manual of Symbols and Terminology for Physicochemical Quantities and Units—Appendix II: Heterogeneous Catalysis*. Elsevier Science.
- Christidis, G.E., Scott, P.W., Dunham, A.C., 1997. Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece. *Applied Clay Science* 12, 329–347.
- D’Amico, D.A., Ollier, R.P., Alvarez, V.A., Schroeder, W.F., Cyras, V.P., 2014. Modification of bentonite by combination of reactions of acid-activation, silylation and ionic exchange. *Applied Clay Science* 99, 254–260.
- Djumarman, D., 1977. Bentonit Clay sebagai Bahan untuk Bleaching Agent. *Jurnal Kimia dan Kemasan* II, 1–10.
- Du, D., Sato, M., Mori, M., Park, E.Y., 2006. Repeated production of fatty acid methyl ester with activated bleaching earth in solvent-free system. *Process Biochemistry* 41, 1849–1853.
- Fatimah, S., 2018. Identifikasi Kandungan Unsur Logam Menggunakan XRF dan OES sebagai Penentu Tingkat Kekerasan Baja Paduan (Thesis (S1)). Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.

- Foletto, E.L., Colazzo, G.C., Volzone, C., Porto, L.M., 2011. Sunflower oil bleaching by adsorption onto acid-activated bentonite. *Brazilian Journal of Chemical Engineering* 28, 169–174.
- Gilfrich, J., 1997. Book review: Introduction to X-Ray Powder Diffractometry. RON JENKINS and ROBERT L. SNYDER Volume 138 in *Chemical Analysis*, J. D. Winefordner, Series Editor. Wiley, New York, 1996, pp. 403+xxiii, £65, ISBN 0471513393. *X-Ray Spectrometry* 26, 245–245.
- Goldstein, J., Newbury, D., Michael, J., Ritchie, N., Scott, J., Joy, D., 2018. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*.
- Grinberg, N., Rodriguez, S., 2016. *Ewing's Analytical Instrumentation Handbook, Fourth Edition*. Taylor & Francis.
- Gunstone, F., 2007. Market update: Palm oil 18, 835–836.
- Gunstone, F.D., 2011. Production and Trade of Vegetable Oils, in: *Vegetable Oils in Food Technology*. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 1–24.
- Hartanto, D., 2019. Standarisasi HCl dengan Asam Oksalat.
- Hasibuan, M., 2020. Perancangan Dan Pengujian Pengadukan CPO Pada Mixer Kristalizer.
- Hassan, M.S., Abdel-Khalek, N.A., 1998. Beneficiation and applications of an Egyptian bentonite. *Applied Clay Science* 13, 99–115.
- Haul, R., 1982. S. J. Gregg, K. S. W. Sing: *Adsorption, Surface Area and Porosity*. 2. Auflage, Academic Press, London 1982. 303 Seiten, Preis: \$ 49.50.

Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie 86, 957–957.

- Haxaire, A., Bloch, J.-M., 1956. Sorption de molécules organiques azotées par la montmorillonite. Étude du mécanisme. Bulletin de Minéralogie 79, 464–475.
- Hidayat, M.T., Nugraha, I., 2018. Kajian Kinerja Ca-Bentonit Kabupaten Pacitan-Jawa Timur Teraktivasi Asam Sulfat Sebagai Material Lepas Lambat (Slow Release Material) Pupuk Organik Urin Sapi. Indonesian Journal of Materials Chemistry 1.
- Hymore, F.K., 1996. Effects of some additives on the performance of acid-activated clays in the bleaching of palm oil. Applied Clay Science 10, 379–385.
- Jalani, B.S., Cheah, S.C., Rajanaidu, N., Darus, A., 1997. Improvement of palm oil through breeding and biotechnology. Journal of the American Oil Chemists' Society 74, 1451–1455.
- Jamaluddin, Massinai, M.A., Tahir, D., 2016. Analisis Kandungan Logam Oksida Menggunakan Metode XRF (X-Ray Fluorescence). Jurnal Geofisika FMIPA Universitas Hasanuddin.
- Jeenpadiphat, S., Tungasmita, D.N., 2013. Acid-activated pillar bentonite as a novel catalyst for the esterification of high FFA oil. Powder Technology 237, 634–640.
- Jenkins, R., 2006. X-Ray Techniques: Overview, in: Encyclopedia of Analytical Chemistry. American Cancer Society.

- Kataren, S., 2008. Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan, 1st ed. UI-Press.
- Kirali, E.G., Laçin, O., 2006. Statistical modelling of acid activation on cotton oil bleaching by Turkish bentonite. *Journal of Food Engineering* 75, 137–141.
- Lin, S.W., 2011. Palm Oil, in: *Vegetable Oils in Food Technology*. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 25–58.
- McCash, E.M., 2001. *Surface Chemistry*. Oxford University Press.
- Meesuk, L., Worasith, N., 2006. The Use of Bentonite to Remove Dark Colour in Repeatingly Used Palm Oil. *Journal of environmental science and health. Part A, Toxic/hazardous substances & environmental engineering* 41, 1189–200.
- Mulja, M., Suharman, 1995. *Analisis Instrumentasi*, 1st ed. Airlangga University Press, Surabaya.
- Murphy, D.J., 2007. Future prospects for oil palm in the 21st century: Biological and related challenges. *European Journal of Lipid Science and Technology* 109, 296–306.
- Murray, H.H., 2006. Chapter 2 Structure and Composition of the Clay Minerals and their Physical and Chemical Properties, in: Murray, H.H. (Ed.), *Developments in Clay Science*. Elsevier, pp. 7–31.
- Nutting, P.G., 1933. *The bleaching clays (Report No. 3), Circular*.
- Ong, A., Goh, S., 2002. Palm Oil: A Healthful and Cost-Effective Dietary Component. *Food and nutrition bulletin* 23, 11–22.

- Park, E.Y., Mori, M., 2005. Kinetic study of esterification of rapeseed oil contained in waste activated bleaching earth using *Candida rugosa* lipase in organic solvent system. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic* 37, 95–100.
- Prasetyoko, D., 2015. *Karakterisasi Struktur Padatan*, 1st ed. Deepublish.
- Siddiqui, M.K.H., 1968a. CHAPTER 5 - Activation of Bleaching Earths, in: Siddiqui, M.K.H. (Ed.), *Bleaching Earths*. Pergamon, pp. 32–43.
- Siddiqui, M.K.H., 1968b. CHAPTER 6 - Mechanism of Bleaching and Bleaching of Vegetable and Mineral Oils, in: Siddiqui, M.K.H. (Ed.), *Bleaching Earths*. Pergamon, pp. 44–55.
- Skoog, D.A., Holler, F.J., Crouch, S.R., 2017. *Principles of Instrumental Analysis*. Cengage Learning.
- SNI 01-2901-2006, 2006. *Minyak Kelapa Sawit (Crude Palm Oil)*.
- Soedjoko, T.S., 1987. Penelitian Pemanfaatan Bentonit di Indonesia. *Buletin PPTM* 9, 15–24.
- Tanjaya, A., Sudono, Indraswati, N., Ismadji, S., 2007. Optimasi Kondisi Operasi Pembuatan Bleaching Earth dari Bentonit Pacitan. Presented at the National Conference: Design and Application of Technology, Surabaya.
- Thomas, C.L., Hickey, J., Stecker, G., 1950. Chemistry of Clay Cracking Catalysts. *Ind. Eng. Chem.* 42, 866–871.
- Treacy, M.M.J., Higgins, J.B. (Eds.), 2007. Powder pattern simulations of disordered intergrowths, in: *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for*

Zeolites (Fifth Edition). Elsevier Science B.V., Amsterdam, pp. 477–485.

Triyati, E., 1985. Spektrofotometer Ultra-Violet dan Sinar Tampak Serta Aplikasinya Dalam Oseanologi. *Oseana X*, 39–47.

Wright, W.W., 1993. Materials science and engineering. An introduction 2nd Edition W. D. Callister, Jr John Wiley & Sons, New York, 1991. pp. xxi + 791, price E53.00. ISBN 0-471-50488-2. *Polymer International* 30, 282–283.

Wu, Z., Li, C., Sun, X., Xu, X., Dai, B., Li, J., Zhao, H., 2006. Characterization, Acid Activation and Bleaching Performance of Bentonite from Xinjiang1 1Supported by Doctor Funds Xinjiang Production and Construction Corps (ZDGG2004–01) and Shihezi University’s Key Scientific and Technological Project of China (04BSZJ04). *Chinese Journal of Chemical Engineering* 14, 253–258.

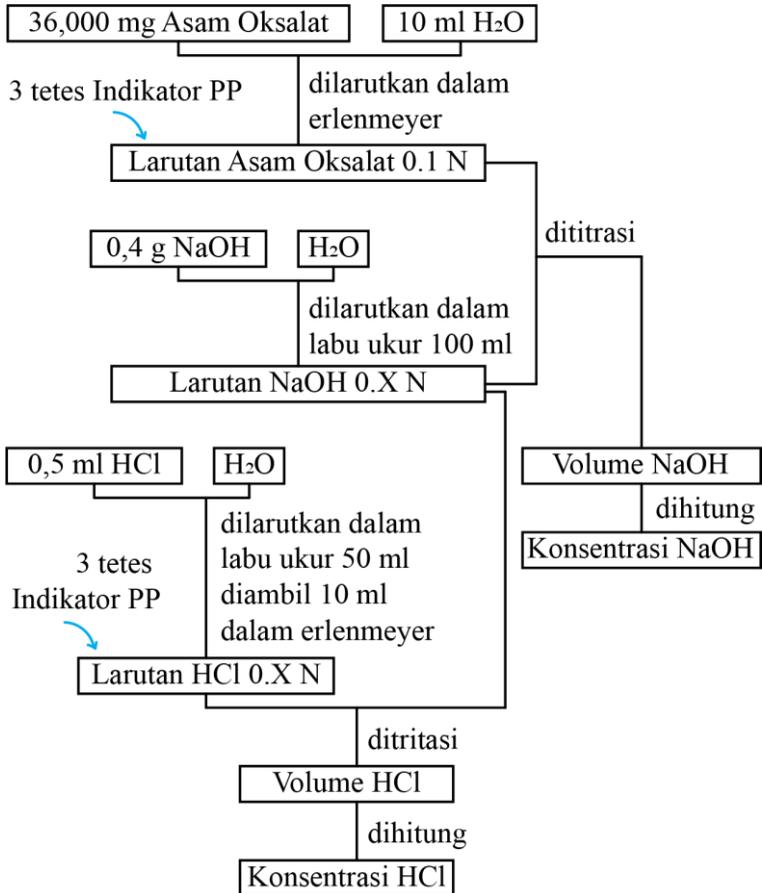
Yap, P.H., de Man, J.M., de Man, L., 1989. Polymorphism of palm oil and palm oil products. *Journal of the American Oil Chemists’ Society* 66, 693–697.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

# LAMPIRAN

## LAMPIRAN A. Diagram Alir Penelitian

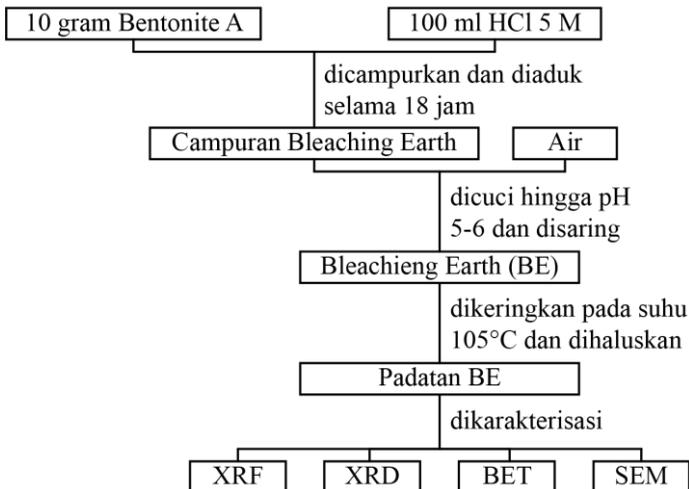
### A.1 Standarisasi Asam Klorida (HCl) 32%



## A.2 Pembuatan dan Karakterisasi Material Bentonit Teraktivasi Asam

Variasi Bentonite : Bentonite A (Sudah Dipisahkan)  
Bentonite B (Belum Dipisahkan)

Variasi Perbandingan Bentonite dan HCl : 10 : 100 (w/v)  
10 : 50 (w/v)  
10 : 30 (w/v)



### A.3 Proses *Bleaching* pada CPO



## LAMPIRAN B. Perhitungan

### B.1 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N

$$Mr \text{ NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$M \text{ NaOH} = \frac{n \text{ NaOH}}{V}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{n \text{ NaOH}}{0,1 \text{ L}}$$

$$n \text{ NaOH} = 0,01 \text{ mol}$$

$$n \text{ NaOH} = \frac{m \text{ NaOH}}{Mr}$$

$$0,01 \text{ mol} = \frac{m \text{ NaOH}}{40}$$

$$m \text{ NaOH} = 0,4 \text{ gram}$$

### B.2 Standarisasi HCl

No	Volume NaOH Titrasi (ml)
1	11
2	11,1
3	11

Konsentrasi NaOH 1

$$M \text{ NaOH} = \frac{63,000}{63,035 \times 11}$$

$$M \text{ NaOH} = 0,091 \text{ M}$$

Konsentrasi NaOH 2

$$M \text{ NaOH} = \frac{63,000}{63,035 \times 11,1}$$

$$M \text{ NaOH} = 0,090 \text{ M}$$

Konsentrasi NaOH 3

$$\begin{aligned}M \text{ NaOH} &= \frac{63,000}{63,035 \times 11} \\M \text{ NaOH} &= 0,091 \text{ M}\end{aligned}$$

Konsentrasi NaOH

$$\begin{aligned}M \text{ NaOH} &= \frac{0,091 + 0,090 + 0,091}{3} \\M \text{ NaOH} &= 0,091 \text{ M}\end{aligned}$$

<i>No</i>	<i>Volume NaOH Titrasi (ml)</i>
<i>1</i>	<i>11,50</i>
<i>2</i>	<i>11,55</i>
<i>3</i>	<i>11,45</i>

Konsentrasi HCl 1

$$\begin{aligned}N_1 \times V_1 &= N_2 \times V_2 \\11,50 \times 0,091 &= 10 N_2 \\N \text{ HCl} &= 0,105 \text{ N} = 0,105 \text{ M}\end{aligned}$$

Konsentrasi HCl 2

$$\begin{aligned}N_1 \times V_1 &= N_2 \times V_2 \\11,55 \times 0,091 &= 10 N_2 \\N \text{ HCl} &= 0,105 \text{ N} = 0,105 \text{ M}\end{aligned}$$

Konsentrasi HCl 3

$$\begin{aligned}N_1 \times V_1 &= N_2 \times V_2 \\11,45 \times 0,091 &= 10 N_2 \\N \text{ HCl} &= 0,104 \text{ N} = 0,104 \text{ M}\end{aligned}$$

Konsentrasi HCl

$$\begin{aligned}M \text{ HCl} &= \frac{0,105 + 0,105 + 0,104}{3} \\M \text{ HCl} &= 0,105 \text{ M}\end{aligned}$$

Konsentrasi HCl 32%

$$\begin{aligned}N1 \times V1 &= N2 \times V2 \\0,5 \times N1 &= 50 \times 0,105 \\N \text{ HCl} &= 10,5 \text{ N} = 10,5 \text{ M}\end{aligned}$$

## LAMPIRAN C. Data Karakterisasi

### C.1 Data XRF

EI - 019

Suhu : 23,2 C.

Kelembaban : 63%.

**Metode:**

1. Tanpa Standar
2. Tanpa Filter
3. Medium Helium
4. Waktu 60
5. Energi 14 KV

**Hasil**

**1. Serbuk Kode A (Berat : 10,3789 gram).**

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	12.6	0%	Al2O3	16	0%
Si	31.4	0%	SiO2	42.4	0%
S	1.9	0%	SO3	2.8	0%
K	0.76	0%	K2O	0.52	0%
Ca	3.46	0%	CaO	2.63	0%
Ti	2.15	0%	TiO2	1.93	0%
V	0.12	0%	V2O5	0.11	0%
Cr	0.03	0%	Cr2O3	0.03	0%
Mn	0.26	0%	MnO	0.17	0%
Fe	38.7	0%	Fe2O3	26.2	0%
Cu	0.12	0%	CuO	0.075	0%
Zn	0.1	0%	ZnO	0.04	0%
Mo	7.8	0%	MoO3	6.7	0%
Re	0.6	0%	Re2O7	0.4	0%
Na	No intensity		Na2O	No intensity	
Mg	No intensity		MgO	No intensity	

**2. Serbuk Kode A 30 (Berat : 3,8262 gram).**

Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	17.9	0%	Al2O3	20.8	0%
Si	56.5	0%	SiO2	64.7	0%
P	0.74	0%	P2O5	0.78	0%
K	1.2	0%	K2O	0.62	0%
Ca	0.9	0%	CaO	0.53	0%
Ti	3.49	0%	TiO2	2.41	0%
V	0.17	0%	V2O5	0.12	0%
Cr	0.05	0%	Cr2O3	0.02	0%
Mn	0.092	0%	MnO	0.048	0%
Fe	18.3	0%	Fe2O3	9.66	0%
Cu	0.1	0%	CuO	0.04	0%
Zr	0.5	0%	ZrO2	0.3	0%
Na	No intensity		Na2O	No intensity	
Mg	No intensity		MgO	No intensity	

## C.2 Data XRD

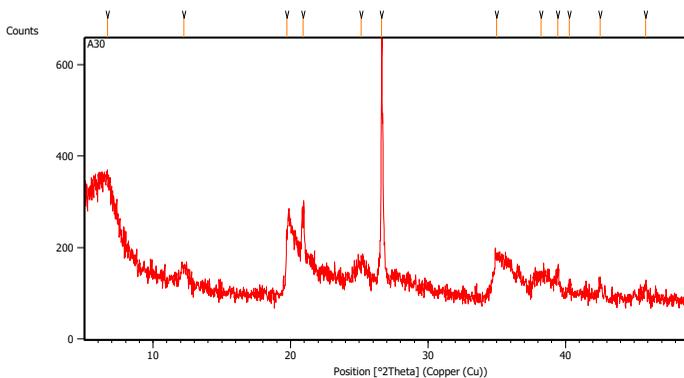
### A30

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets.  
Modify it according to your own needs and standards.

**Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	A30
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2020\Januari\Kukuh\A30\A30.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/8/2020 12:09:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	49.9904
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.6882	98.46	0.9368	13.21637	19.98
12.2562	35.34	0.4015	7.22180	7.17
19.7282	119.83	0.1004	4.50020	24.31
20.9220	140.97	0.2007	4.24605	28.60
25.1440	38.20	0.8029	3.54183	7.75
26.6345	492.84	0.0669	3.34691	100.00
34.9742	72.88	0.3346	2.56559	14.79
38.2260	24.79	0.8029	2.35449	5.03
39.4574	42.43	0.2007	2.28380	8.61
40.2971	14.39	0.4015	2.23813	2.92
42.5395	23.13	0.2007	2.12520	4.69
45.8226	32.85	0.2007	1.98029	6.67

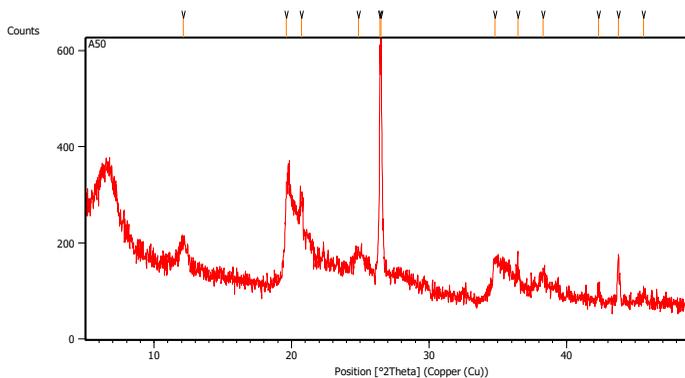
## A50

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets. Modify it according to your own needs and standards.

### **Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	A50
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2020\Januari\Kukuh\A50\A50.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/8/2020 11:41:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	49.9904
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.1373	54.57	0.5353	7.29223	11.14
19.6256	183.52	0.1673	4.52349	37.46
20.7230	136.05	0.2007	4.28636	27.77
24.8703	36.87	0.5353	3.58019	7.53
26.4394	468.98	0.0816	3.36837	95.73
26.5143	489.89	0.0502	3.36181	100.00
34.7876	80.13	0.3346	2.57892	16.36
36.4916	57.43	0.2007	2.46232	11.72
38.3079	50.29	0.4015	2.34965	10.27
42.3380	17.23	0.2007	2.13485	3.52
43.7745	96.73	0.1004	2.06807	19.75
45.6032	16.16	0.4015	1.98930	3.30

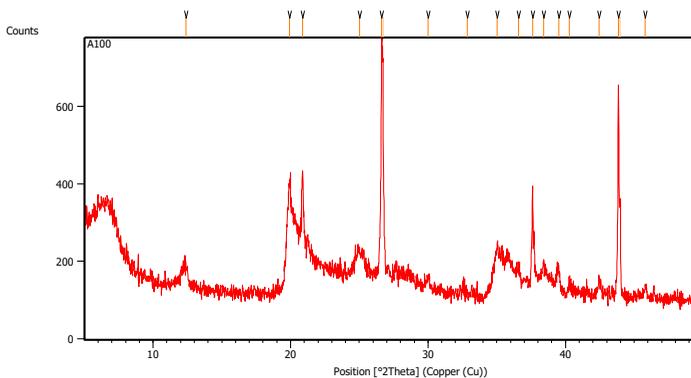
## A100

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets. Modify it according to your own needs and standards.

### **Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	A100
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian 2020\Januari\Kukuh\A100\A100.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date/Time	1/8/2020 11:22:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	49.9904
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.3925	51.61	0.4684	7.14264	8.40
19.9403	259.29	0.2676	4.45280	42.20
20.8864	270.36	0.0836	4.25319	44.00
25.0262	55.89	0.5353	3.55823	9.10
26.6385	614.41	0.0816	3.34365	100.00
26.7161	558.42	0.0612	3.34240	90.89
30.0210	24.49	0.3264	2.97417	3.99
32.8522	7.63	0.9792	2.72404	1.24
35.0260	129.46	0.4896	2.55979	21.07
36.5777	71.63	0.3264	2.45469	11.66
37.6086	277.53	0.0816	2.38973	45.17
38.4292	85.03	0.4080	2.34057	13.84
39.5363	72.53	0.2040	2.27754	11.80
40.2849	46.93	0.2448	2.23693	7.64
42.4671	50.73	0.2448	2.12690	8.26
43.8605	561.66	0.0816	2.06250	91.41
43.9845	266.07	0.0612	2.06209	43.30
45.8150	29.16	0.2448	1.97896	4.75

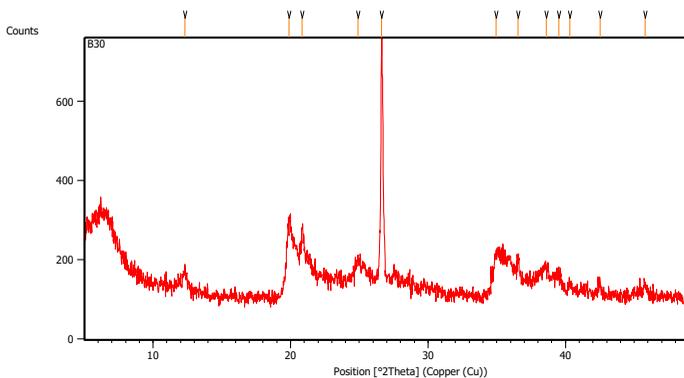
## B30

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets. Modify it according to your own needs and standards.

### **Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	B30
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2020\Januari\Kukuh\B30\B30.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/8/2020 1:24:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	49.9904
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.3016	45.91	0.2676	7.19524	7.58
19.8840	163.02	0.3346	4.46529	26.93
20.8484	146.08	0.2007	4.26085	24.13
24.9256	50.45	0.5353	3.57236	8.33
26.6285	605.42	0.1338	3.34766	100.00
34.9581	107.42	0.4015	2.56674	17.74
36.5563	97.34	0.1338	2.45810	16.08
38.6113	74.56	0.3346	2.33188	12.32
39.5081	59.65	0.4015	2.28099	9.85
40.3275	36.08	0.3346	2.23652	5.96
42.5097	37.12	0.2007	2.12662	6.13
45.8030	30.47	0.2007	1.98109	5.03

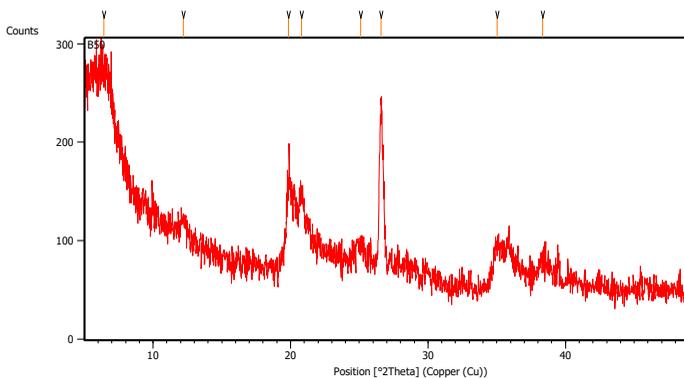
## B50

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets.  
Modify it according to your own needs and standards.

### **Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	B50
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2020\Januari\Kukuh\B50\B50.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/8/2020 2:15:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	49.9904
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.4214	57.26	0.9368	13.76468	35.08
12.2017	14.45	0.8029	7.25390	8.85
19.8562	86.66	0.2676	4.47148	53.09
20.7851	62.85	0.2676	4.27369	38.51
25.0991	16.04	0.6691	3.54806	9.82
26.5911	163.23	0.2342	3.35227	100.00
35.0319	35.44	0.4015	2.56150	21.71
38.3557	17.47	0.5353	2.34683	10.71

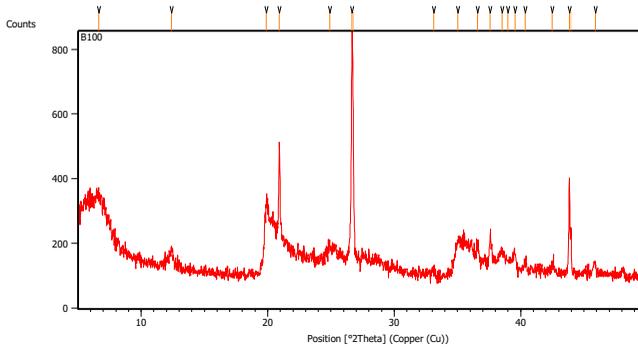
## B100

This is the simple example template containing only headers for each report item and the bookmarks. The invisible bookmarks are indicated by text between brackets.  
Modify it according to your own needs and standards.

### **Measurement Conditions:** (Bookmark 1)

Dataset Name	B100
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2020\Januari\Kukuh\B100\B100.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	1/8/2020 2:09:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	49.9904
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

**Main Graphics, Analyze View:** (Bookmark 2)

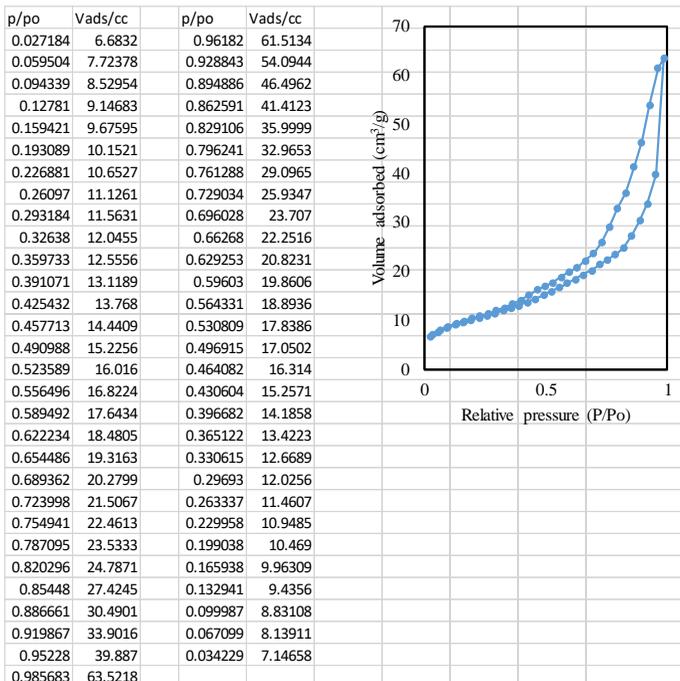


**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.6509	98.82	0.6691	13.29028	14.15
12.4035	57.25	0.2007	7.13635	8.20
19.8895	195.64	0.2676	4.46406	28.01
20.9295	336.81	0.0669	4.24454	48.22
24.9054	39.06	0.6691	3.57521	5.59
26.6636	698.45	0.1020	3.34056	100.00
26.7555	497.01	0.0612	3.33757	71.16
33.1108	16.12	0.2448	2.70335	2.31
35.0230	105.52	0.4080	2.56001	15.11
36.5816	84.16	0.2448	2.45443	12.05
37.5858	129.68	0.1632	2.39113	18.57
38.5315	77.95	0.4080	2.33459	11.16
38.9949	47.13	0.6528	2.30791	6.75
39.5398	72.23	0.1632	2.27735	10.34
40.3723	38.76	0.2448	2.23229	5.55
42.4961	29.14	0.4896	2.12551	4.17
43.8571	300.81	0.0816	2.06266	43.07
43.9795	141.97	0.0612	2.06231	20.33
45.9021	30.17	0.3264	1.97541	4.32

### C.3 Data Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen

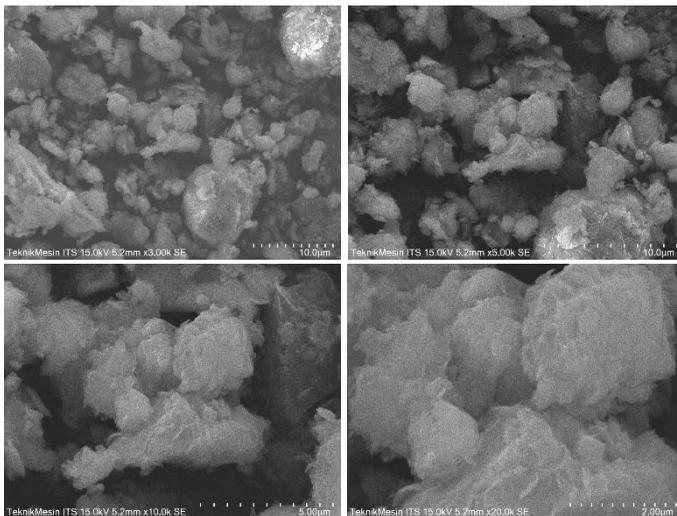
#### A30



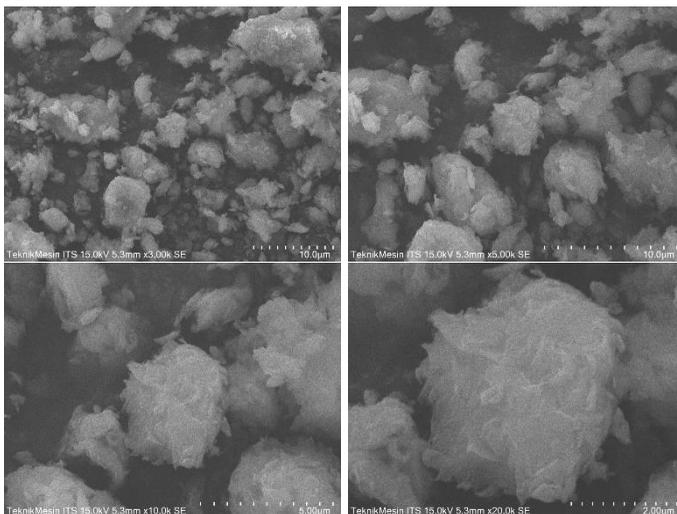


## C.4 Data SEM

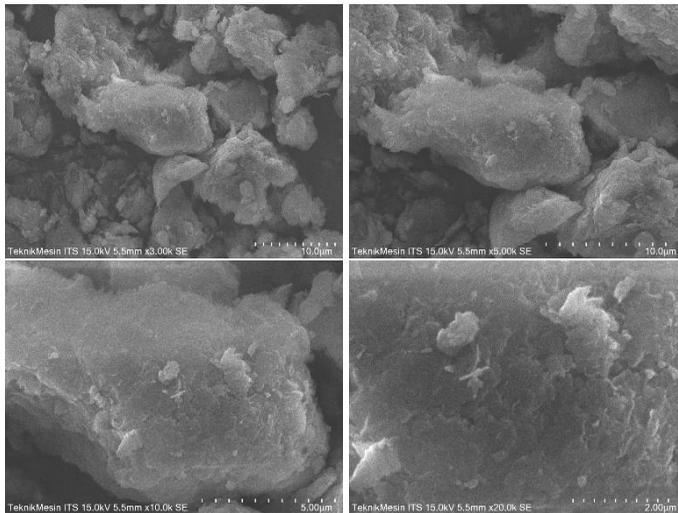
A



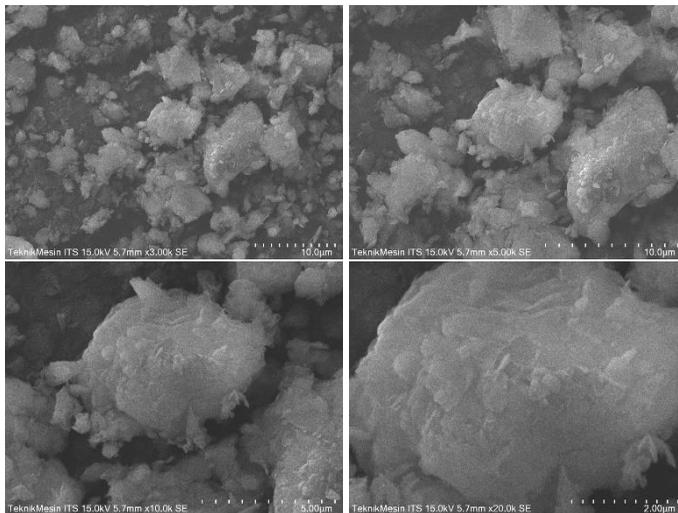
A30



## B



## B30

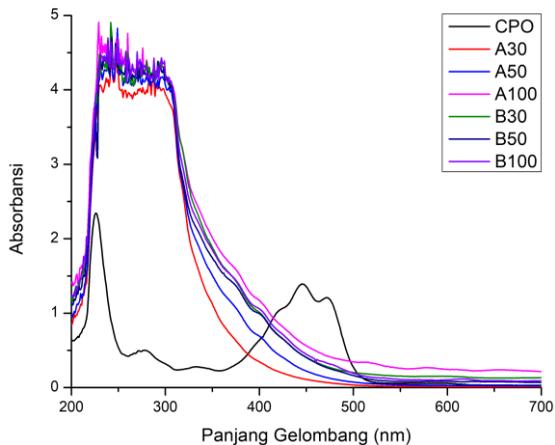


## C.5 Data Spektrofotometri UV-Vis

### TEST SETUP

GENESYS 10S UV-Vis v4.006 2L5V293304

Scanning	12:55am 17Jan20
Test Name	Az
Measurement Mode	Absorbance
Start Wavelength	200.0nm
Stop Wavelength	700.0nm
Sample Positioner	Auto 6
Scan Speed	Medium
Interval	1.0nm
Cell Correction	Off
ID# (0=OFF)	1
Auto Print	Off
Auto Save Data	On
Data File Name	TEST



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Kukuh Dwi Saputro, lahir di Tulungagung 20 Mei 1996. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Dharmawanita Bangunmulyo, SD N 1 Bangunmulyo, SMP N 1 Bandung, dan SMA N 1 Kauman. Penulis diterima pada tahun 2015 di Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Analitika Data, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan NRP 0121154000036. Selain aktif di masa kuliah, penulis juga aktif di kegiatan Himpunan dan menjabat sebagai Staff di Departemen Media Informasi pada periode 2016-2017 dan sebagai Kepala Departemen Media Informasi pada periode 2019-2018. Selain itu penulis juga aktif di kegiatan Chemistry Week 8. Di bidang Kimia penulis pernah melakukan Kerja Praktek di PT. Sucofindo Analytical Laboratories dan bekerja di Laboratorium Lingkungan. Selain bidang Kimia, penulis memiliki kemampuan di bidang lain, yakni Desain Grafis. Karir di bidang tersebut dimulai dari Tahun 2018 hingga sekarang. Sepanjang karir sebagai Desainer, penulis telah memiliki puluhan kerjasama dengan pelanggan di seluruh dunia, beberapa di antaranya adalah Viscaya Station, Healthy Company, The Altered Ego, 1820, OWSD – Indonesia National Chapter, Empire & Co, dan banyak lainnya. Penulis dapat diundang untuk berdiskusi mengenai

Tugas Akhir maupun bidang Desain Grafis melalui email:  
kukuhsaputro@hotmail.com  
creativobranding@gmail.com