

Pengaruh Modifikasi Fisika pada Komposisi, Struktur Kristal dan Sifat Katalitik Lempung Solok

Admi¹, Florencia Tri Angellika¹, Yetria Rilda¹, Syukri^{1*}

¹Laboratorium Kimia Material, Departemen Kimia FMIPA Universitas Andalas

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 15 Oktober 2022
Direvisi: 20 Oktober 2022
Diterima: 20 Oktober 2022

Kata kunci:

Lempung
Modifikasi Fisika
Trasesterifikasi
Biodiesel
Metil Ester

Keywords:

Clay
Physical Modification
Transesterification
Biodiesel
Methyl Ester

Penulis Korespondensi:

Syukri
Email: syukridarajat@sci.unand.ac.id

ABSTRAK

Mineral lempung yang diperoleh dari Kabupaten Solok, Sumatera Barat, telah dimodifikasi secara fisika melalui pemanasan pada 105 °C, 450 °C dan 850 °C. Aktivitas katalitiknya telah diuji dalam transesterifikasi minyak jelantah untuk menghasilkan metil ester asam lemak. Komposisi utama lempung ditemukan terdiri dari Si, Al dan Fe serta unsur-unsur minor lainnya seperti K, Ti, Na, Ca Mg, dan Mn (pengukuran XRF). Jenis mineral utama sampel lempung adalah kaolinite dan illite (karakterisasi XRD). Kalsinasi pada suhu 850 °C mengakibatkan penurunan fasa kaolinit yang menandakan telah terjadi transformasi parsial menjadi metakaolin (analisis XRD). Pengujian aktivitas katalitik dibawah kondisi reaksi tertentu dari semua lempung menunjukkan bahwa lempung yang dikalsinasi pada 850 °C menghasilkan dua jenis senyawa biodiesel yaitu metil ester asam palmitat dan metil ester asam oleat (analisis GC-MS). Tanah liat yang dipanaskan pada suhu 110 oC dan 450 oC sama sekali tidak menunjukkan aktivitas katalitik.

Clay minerals obtained from Solok Regency, West Sumatra, have been physically modified by heating at 105 °C, 450 °C and 850 °C. Its catalytic activity has been tested in the transesterification of used cooking oil to produce fatty acid methyl esters. The main composition of the clay was found to be Si, Al and Fe as well as other minor elements such as K, Ti, Na, Ca Mg, and Mn (XRF measurements). The main mineral types of clay samples are kaolinite and illite (XRD characterization). Calcination at 850 °C resulted in a decrease in the kaolinite phase which indicated that a partial transformation had occurred to metakaolin (XRD analysis). Tests of catalytic activity under specified reaction conditions of all clays showed that calcined clays at 850 °C produced two types of biodiesel compounds including palmitic and oleic methyl esters (GC-MS analysis). Clay heated at 110 °C and 450 °C did not show any catalytic activity at all.

Copyright © 2022 Author(s). All rights reserved

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lempung adalah mineral alam yang tersebar hampir merata di seluruh wilayah negara Indonesia. Secara kimia, mineral lempung adalah senyawa aluminosilikat berlapis yang memiliki kapasitas penukar kation tinggi, mudah didapatkan, murah, dan dengan luas permukaan spesifik yang tinggi (Rafatullah, 2010; Tirta, 2018). Pemanfaatan tradisional lempung adalah sebagai bahan baku batu bata, media hiasan rumah dan perkakas dapur. Lempung juga memiliki potensi besar digunakan untuk tujuan yang lebih saintifik dan kekinian sehingga pada beberapa tahun terakhir, kami fokus melakukan kajian yang mengarah pada modifikasi kimia lempung dan aplikasinya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak nabati antara lain lempung dari Pasaman Barat yang diperkaya dengan CaO memberikan lebih dari 70 % metil ester (Syukri, 2021). Disisi lain, lempung dari Padang yang di perkaya grafena oksida menunjukkan pembentukan lebih dari 55 % metil ester (Syukri, 2021). Belum banyak laporan yang berkaitan dengan modifikasi fisika lempung melalui aktivasi termal meskipun secara teori metode tersebut akan mampu meningkatkan luas permukaan spesifik, meningkatkan kapasitas tukar kation dan daya adsorben bahan mineral tersebut (Razmehgir, 2022)⁵.

Energi merupakan salah satu elemen terpenting dalam keberlangsungan hidup manusia sehingga ketersediaan sumber energi menjadi hal yang selalu menjadi isu utama. Menurut laporan forum energi dunia, diperkirakan bahwa sumber energi dalam bentuk cadangan bahan bakar fosil akan habis dalam kurun waktu 10 dekade yang mendatang sedangkan permintaan energi terus meningkat dari waktu ke waktu yang memicu kesenjangan antara pasokan bahan bakar fosil dan permintaan energi (Lee, 2011; Marulanda, 2019). Disisi lain, bahan bakar fosil yang digunakan secara terus menerus akan menghasilkan emisi gas yang bisa saja meninggalkan masalah besar bagi generasi kita di masa datang (Abukhadra, 2018). Hal tersebut tentu telah menjadi dorongan bagi kalangan ilmunan dan industri untuk bekerjasama secara aktif menemukan berbagai sumber energi alternatif yang bersifat *renewable* dan ramah lingkungan. Pada kurun dua dasawarsa terakhir, biodiesel muncul sebagai energi alternatif terbaik karena beberapa kelebihanannya antara lain ramah lingkungan karena emisi CO dan hidrokarbon yang rendah, *renewable* dan murah (Ayoub, 2017). Bahan baku utama pembuatan biodiesel adalah minyak nabati seperti minyak kedelai, sawit, bunga matahari dan lainnya. Sayangnya penggunaan minyak nabati memunculkan kontradiksi pangan terhadap energi maka minyak goreng bekas ditengarai menjadi salah satu solusi terbaik karena bisa menyelesaikan dua masalah sekaligus yaitu bahan baku biodiesel yang murah dan mengurangi distribusi limbah minyak tersebut ke lingkungan (Tirta, 2018; Syukri, 2022). Dua fenomena yang sudah kami sampaikan tersebut adalah latar belakang utama yang menyebabkan kami telah melaksanakan dan melaporkan hasil penelitian yang bertujuan untuk pemanfaatan lempung yang dimodifikasi secara fisika melalui aktivasi termal dan uji aktifitas katalitiknya pada transesterifikasi WCO.

II. METODE PENELITIAN

2.1 Metode Penelitian

2.1.1 Bahan dan peralatan

Sampel lempung diperoleh dari daerah Guguak Tampang, Jorong Data Bungo Aripan, Kecamatan X Koto Singkarak, Kabupaten Solok, Provinsi Sumatera Barat. Metanol (Merck) dengan kualifikasi *synthesis grade* digunakan tanpa purifikasi lanjutan. Minyak goreng bekas atau WCO diperoleh dari pemakaian rumah tangga dengan kualifikasi minimal tiga kali penggorengan. Air digunakan dalam bentuk aquades. Peralatan laboratorium standar yang digunakan dalam penelitian ini adalah kondensor, oven, lumping, alu, neraca analitis, termometer, kertas saring, aluminium foil, ayakan, peralatan gelas, cawan porselen, *hotplate* dan *stirrer*.

2.1.2 Instrumen karakterisasi

Instrumen karakterisasi yang digunakan adalah *X-ray Diffraction* (XRD) (XPert PRO PANalytical pw 30/40) untuk menentukan komposisi kristalin lempung, *X-ray Fluorescence* (XRF) (ED Rigaku NEX-CG) untuk menentukan komposisi unsur dan oksida lempung. *Gas*

Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) (Shimadzu QP 2010 SE) digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif produk transesterifikasi.

2.1.3 Prosedur Penelitian

2.1.1.1. Preparasi Lempung

Sejumlah lempung disuspensikan ke dalam akuades dan dibiarkan selama 24 jam. Padatan disaring menggunakan kertas saring dan corong, dikeringkan pada suhu 105 °C selama 4 jam, kemudian digerus dengan lumpang dan alu dan diayak dengan ayakan ukuran 90 µm (Syukri, 2022). Sampel hasil preparasi diberi label (h-clay) *heated clay*, lalu dikarakterisasi dengan XRF dan XRD.

2.1.1.2. Aktivasi termal Lempung

Sejumlah h-clay dikalsinasi pada suhu 450 °C dan 850 °C selama 4 jam. Sampel selanjutnya digerus dan diayak dengan ayakan 90 µm (Syukri, 2022; Bergaya, 1995). Sampel hasil kalsinasi diberi label c(450)-Clay dan c(850)-clay dan selanjutnya dikarakterisasi dengan XRF dan XRD.

2.1.1.3. Uji katalitik

Uji aktivitas katalitik WCO menjadi *fatty acid methyl ester* (FAME) oleh katalis dilakukan dengan reaksi transesterifikasi dan teknik refluks dalam labu leher tiga ukuran 250 mL. Labu disambungkan dengan kondensor dan diletakkan di atas *hotplate* magnetic stirrer dilengkapi dengan termometer dan *magnetic bar*. Kondisi reaksi ditetapkan sebagai berikut; perbandingan rasio volume WCO : metanol adalah 1,94 : 1 dan konsentrasi katalis adalah 9,6% w/v (Armalita, 2015). Pertama, katalis dan metanol dicampurkan dan dipanaskan pada 50 °C dengan pengadukan terus menerus selama 30 menit. Selanjutnya, 97 mL WCO ditambahkan ke labu leher tiga yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 100 °C sampai tidak ada lagi gelembung air yang tersisa, kemudian suhu diturunkan kembali menjadi 50 °C. Reaksi transesterifikasi berlangsung selama 75 menit pada suhu 70°C dengan kecepatan pengadukan 800 rpm. Pada akhir reaksi, labu didinginkan sampai suhu ruang dan katalis dipisahkan dari campuran produk menggunakan kertas saring. Produk biodiesel dipisahkan dari gliserol menggunakan corong pisah. Biodiesel dicuci dengan akuades panas (50 °C) dengan rasio volume 1:1 dan dihomogenkan selama 5 menit sampai terbentuk cairan berwarna kuning keputihan. Campuran didiamkan sehingga air berkumpul di bagian bawah. Biodiesel dipanaskan pada suhu di atas titik didih air (105 °C) hingga tidak ada gelembung air lagi, kemudian produk biodiesel disaring dengan kertas saring dan dianalisis dengan GC-MS.

III. HASIL DAN DISKUSI, (STYLE TEMPLATE I. HEADING 1)

3.1 Karakteristik fisik sampel lempung

Sampel lempung diambil dari Kenegarian Guguak Tampang, Jorong Data Bungo Aripan, Kecamatan X koto Singkarak, Kabupaten Solok, Provinsi Sumatera Barat. Nagari Aripan memiliki luas wilayah 4.444 Ha dan berada pada ketinggian 600 m dpl dan dengan suhu 26 – 31°C. Warga sekitar memanfaatkan lempung tersebut untuk bahan baku produksi batu bata secara tradisional. Topografi dari daerah tersebut berada di perbukitan yang ditumbuhi rumput dan tumbuhan liar yang merupakan lokasi dari pengambilan sampel. Lempung ini memiliki karakteristik berwarna coklat kekuningan, berbutir halus, keras dalam keadaan kering dan akan menjadi liat dan lengket jika diberi air (Aziz, 2010).

Aktivasi termal merupakan langkah yang sering dilakukan untuk mendapatkan luas permukaan spesifik yang lebih besar dan dalam hal ini juga bisa meningkatkan kinerja adsorpsi dan katalitik lempung¹⁰. Pada penelitian ini aktivasi dilakukan dengan metode kalsinasi yang juga bertujuan menghilangkan pengotor senyawa organik atau gas lain yang masih terikat secara kimia pada lempung. Aktivasi termal pada lempung juga mengakibatkan degradasi dan eliminasi senyawa seperti keluarnya molekul air dari rangka kristal dimana 2 gugus hidroksi (-OH) yang berdekatan akan melepas satu molekul air (Sadiana, 2018). Kalsinasi juga bertujuan untuk penguapan air yang terikat secara kimia yang masih ada dalam lempung, membuka pori-pori lempung dan meningkatkan daya serapannya. Semakin besar ukuran pori, semakin baik bentuk kristal, dan ketika dipanaskan pada suhu tinggi untuk waktu yang lama, tanah liat cenderung

mengkristal kembali, menghasilkan kristal yang lebih baik dengan pori-pori yang lebih besar (Notodarmojo, 2015). Proses kalsinasi pada suhu 500, 600 dan 700 °C mampu meningkatkan daya adsorpsi lempung karena bertambahnya luas permukaan akibat kenaikan temperatur kalsinasi (Yanti, 2015).



Gambar 1. Perubahan warna lempung setelah dimodifikasi secara termal
(a) p-Clay; (b) h-Clay; (c) c(450)-Clay; (d) c(850)-Clay

Perbedaan karakter fisik dalam hal warna lempung akibat perlakuan pemanasan pada beberapa temperatur dapat dilihat pada Gambar 1. Lempung induk yang dilabel p-clay bewarna kecoklatan, lempung yang telah dipreparasi pada 110 °C dan dilabel h-clay bewarna coklat terang, lempung yang sudah dikalsinasi pada 450 oC dan dilabeli c(450)-Clay bewarna coklat kekuningan dan yang dikalsinasi pada 850 °C dengan label (850)-clay bewarna coklat kemerahan. Perubahan warna pada lempung setelah kalsinasi disebabkan oleh terjadinya perubahan bilangan oksidasi Fe (+2 dan +3) karena faktor termal, biasanya transformasi antara *geotite*, *turgite* dan *hematite* (Zahrattunnisa, 2016).

3.2 Karakteristik komposisi oksida lempung

XRF merupakan suatu metode analisis untuk mengetahui komposisi unsur dan oksida dan hanya diperlukan sedikit sampel uji sehingga banyak digunakan dalam analisis mineral dan batuan (Jenkins, 2000). Dalam penelitian ini, karakterisasi lempung dengan XRF (Tabel 1) bertujuan untuk mengetahui komposisi oksida yang terkandung pada sampel lempung Solok tersebut sehingga rasio mol Si/Al dapat diketahui. Secara umum sampel lempung dengan label h-Clay, c(450)-Clay dan c(850)-Clay mengandung silika, alumina dan oksida besi sebagai komponen dominan.

Tabel 1. Komposisi lempung sebelum dan sesudah aktivasi termal

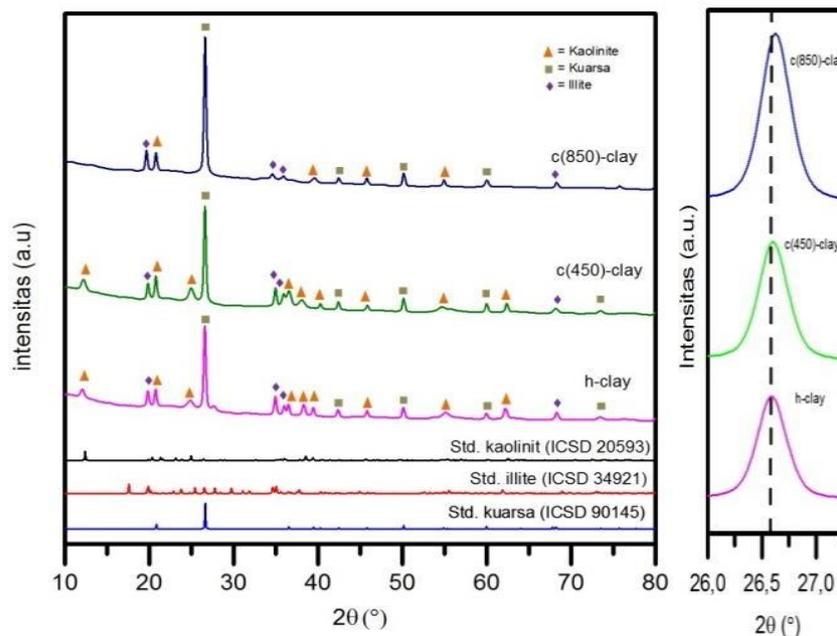
Oksida	Komposisi (% b/b)		
	h-Clay	c(450)-Clay	c(850)-clay
SiO ₂	575,100	580,000	574,600
Al ₂ O ₃	306,400	312,100	324,600
Fe ₂ O ₃	77,700	68,900	64,500
K ₂ O	20,636	19,206	18,135
TiO ₂	10,671	0,9666	0,9051
Na ₂ O	0,6174	0,6735	0,6259
MgO	0,1600	0,1700	0,1800
SO ₃	0,0700	0,0600	0,0200
P ₂ O ₅	0,0502	0,0611	0,0568
CaO	0,0200	0,0200	0,0200
Mn ₂ O ₃	0,0164	0,0142	0,0133
Cr ₂ O ₃	0,0046	0,0047	0,0044
Rasio mol Si/Al	15,975	15,846	1,505

Berdasarkan tabel tersebut kita juga bisa menghitung rasio mol Si/Al dari masing-masing sampel dimana angkanya menunjukkan bahwa semua sampel lempung tersebut merupakan kelas mineral lempung dengan nilai yang kecil dari 2. Kita juga dapat menyimpulkan bahwa rasio mol Si/Al cenderung semakin berkurang jika lempung dipanaskan atau diaktivasi secara termal pada suhu yang lebih tinggi karena lepasnya sulfur dari rongga antar lapisan zat itu yang juga menunjukkan semakin berkurangnya jumlah “pengotor” yang memungkinkan meningkatkan luas permukaan spesifiknya (Laili, 2000). Nilai rasio mol yang semakin menurun juga menunjukkan

semakin meningkatnya sisi basa Bronsted lempung yang memicu pengikatan ion H^+ lebih banyak untuk meningkatkan sisi Asam Bronsted yang sangat berperan dalam mekanisme katalitiknya (Arifin, 2021).

3.3 Karakteristik komposisi mineral lempung

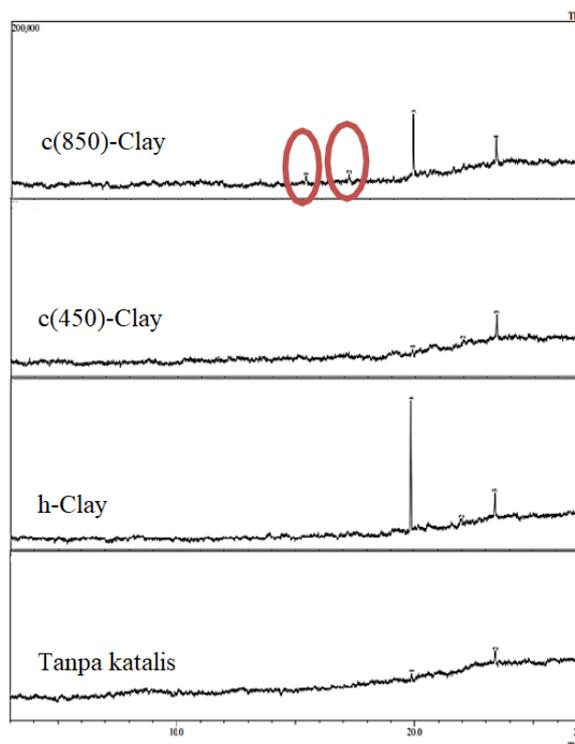
Analisis XRD digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan suatu senyawa dengan mengamati pola pembiasan cahaya yang terjadi ketika berkas cahaya dibiaskan oleh suatu bahan yang atom-atomnya ditempatkan dalam kisi kristal (Jenkins, 2000). Teknik XRD berdasarkan analisis sinar-X yang didifraksikan oleh sampel sebagai akibat tumbukan antara berkas sinar-X dengan kisi-kisi kristal bahan sampel tanpa kehilangan energi. Pada penelitian ini, karakterisasi lempung dengan XRD bertujuan untuk mengetahui komposisi mineral dan kristalinitas sampel lempung Solok, dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 2. Secara konsepnya, analisis XRD memberikan pola difraksi yang diwakili oleh sudut yang terbentuk sebagai akibat dari difraksi sinar cahaya oleh kisi-kisi kristal dalam bahan yang diwakili oleh sudut 2θ dengan θ mewakili sudut datang dengan sudut pantul yang terdeteksi oleh detektor (Jenkins, 2000). Berdasarkan analisis XRD terhadap lempung dari Solok tersebut diketahui bahwa mineral lempungnya terdiri dari kaolinit (ICSD 20593) dan illite (ICSD: 34921). Disamping itu juga terdapat keberadaan kuarsa (ICSD: 90145) yang selalu ada pada semua sampel tanah. Kaolinit ketika mengalami proses kalsinasi akan melewati dua tahap dekomposisi. Pertama, temperatur rendah ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga $650\text{ }^{\circ}\text{C}$) dimana kaolinit akan mengalami kehilangan molekul air, sedangkan pada tahap selanjutnya yaitu temperatur tinggi ($655\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga $1365\text{ }^{\circ}\text{C}$) kaolinit akan terdekomposisi menjadi metakaolin (Laili, 2000). Kalsinasi terhadap sampel lempung akan mengakibatkan dekomposisi dan eliminasi senyawa yang masih berikatan kimia pada lempung, seperti dehidrasi molekul H_2O yang masih terperangkap pada kisi kristal lempung meninggalkan banyak pori sehingga memperluas permukaan spesifik lempung. Pengaruh Proses kalsinasi pada suhu $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ menyebabkan sedikit pergeseran pola difraksi ke arah kanan, yang menunjukkan ukuran kristal semakin kecil. Reaksi kalsinasi mengubah sifat permukaan mineral lempung dan mempengaruhi reaktivitas material tersebut. Secara khusus, alumina amorf sangat reaktif, dan sedangkan alumina kristalin memiliki kapasitas adsorpsi air yang tinggi (Arifin, 2021; Priska, 2012). Pada Gambar 3 tersebut jelas terlihat berkurangnya puncak difraksi kaolinit yang diduga berubah menjadi metakaolin.



Gambar 2. Pola difraksi sampel lempung sebelum dan setelah dimodifikasi secara termal

3.4 Uji katalitik

Pengujian kinerja katalitik lempung alam dan lempung yang sudah dimodifikasi secara termal pada suhu 450 °C dan 850 °C untuk konversi WCO menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi dilakukan dengan metode *reflux*. Produk-produk katalitik dianalisis dengan alat GC-MS untuk melihat jumlah dan jenis metil ester biodiesel yang dihasilkan. Pengujian aktivitas katalitik dilakukan dengan kondisi reaksi dimana perbandingan rasio volume WCO : metanol adalah 1,94:1, konsentrasi katalis 9,6% w/v dengan lama reaksi 75 menit pada suhu 70 °C. Katalis lempung dan metanol direaksikan terlebih dahulu untuk membentuk anion metoksida yang bertindak sebagai nukleofilik dalam reaksi transesterifikasi WCO untuk menghasilkan produk utama FAME. Anion metoksida akan berikatan dengan C karbonil dari trigliserida, mengubahnya menjadi digliserida yang pada akhirnya menjadi monogliserida, dengan gliserol menjadi produk samping (Deska, 2020). Produk-produk hasil reaksi transesterifikasi WCO dilakukan baik tanpa katalis maupun dengan ketiga tipikal katalis lempung diperlihatkan pada Gambar 3. Pada kondisi reaksi yang digunakan, reaksi tanpa katalis tidak menghasilkan produk FAME apapun, dengan asumsi yang berkaitan dengan waktu, suhu dan tekanan yang diberikan (Syukri, 2022). Reaksi transesterifikasi tanpa katalis dan dengan tiga variasi katalis pada konversi WCO menjadi FAME menunjukkan bahwa hanya katalis c(850)-clay yang menghasilkan FAME dalam bentuk metil ester asam palmitat dan metil ester asam oleat dengan nilai rendemen total 15 %. Perubahan fasa kaolinite menjadi metakaolin diyakini memberikan peningkatan kinerja katalitik (Guatame, 2018). Penelitian kami terdahulu menunjukkan bahwa sampel WCO yang digunakan mengandung empat spesies trigliserida dengan gugus laurat, adipat, palmitat dan oleat¹¹. Dapat kita simpulkan bahwa katalis c(850)-Clay memiliki karakter *chemoselective* terhadap substrat minyak yang mengandung gugus palmitat dan oleat.



Gambar 3. Kromatogram produk-produk transesterifikasi WCO

IV. KESIMPULAN

Modifikasi fisika dalam bentuk aktivasi termal sampel lempung Solok pada suhu 450 dan 850 °C memberikan hasil yang komparabel dimana modifikasi menyebabkan rasio molar Si/Al cenderung mengalami penurunan (analisis dengan XRF). Dalam hal komposisi mineral, hanya pemanasan pada 850 °C yang memberikan perubahan yang signifikan pada pola difraksi sinar-X yang menunjukkan terjadinya perubahan fasa dari kaolinite menjadi metakaolin (karakterisasi dengan XRD). Uji katalitik pada transesterifikasi WCO juga menunjukkan bahwa hanya pemanasan lempung pada suhu 850 °C yang mampu mengkatalisis pembentukan produk biodiesel dalam bentuk metil ester asam palmitat (MEAP) dan metil ester asam oleat (MEAO) dengan rendemen total 15%. Lempung yang diaktivasi termal pada 850 oC menunjukkan sifat chemoselective terhadap trigliserida yang mengandung gugus palmitat dan oleat.

DAFTAR PUSTAKA

- Abukhadra, M.R, Sayed, M.A. 2018. K⁺ trapped kaolinite (Kaol/K⁺) as low cost andeco-friendly basic heterogeneous catalyst in the transesterification of commercial waste cooking oil into biodiesel. *Energy*
- Arifin Z, Rudiyanto B. 2021. Produksi Biodiesel Dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Heterogen Cangkang Bekicot (*Achatina Fulica*) Dengan Metode Pencucian Dry Washing. *J. Ilmiah Teknik Mesin*, 9(2). 100-104.
- Armalita, Ratna D, Bahri, Syaiful, Yusnimar Y. 2015. Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Biji Bintaro Dengan Reaksi Transesterifikasi Dan Katalis Lempung. *J.urnal Online Mahasiswa (JOM) Bidang Teknik dan Sains*. 3(1). 1-15.
- Ayoub M, Hussain Bhat A, Ullah S, Ahmad M, Uemura Y. 2017. Optimization of Biodiesel Production over Alkaline Modified Clay Catalyst. *Journal of the Japan Institute of Energy*. 96(10). 456-462.
- Aziz M, Amalia D, Rodliyah I, Cahyono SS. 2010. Benefisiasi Lempung Bogor Untuk Katalis Padat Dalam Sintesis Biodiesel. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*. April. 74-83.
- Bergaya F, Lagaly G. 1995. General Introduction: Clays, Clay Minerals, And Clay Science. *Developments in Clay Science*. 1(C). 1-18.
- Deska A, Syukri S. Zulhadjri, 2020. Clay Indarung Sebagai Support katalis Ca²⁺ dan Cu²⁺, Thesis Magister, Kimia FMIPA Universitas Andalas.
- Guatame-García A, Buxton M, Deon F, Lievens C, Hecker C. 2018. Toward An On-Line Characterization of Kaolin Calcination Process Using Short-Wave Infrared Spectroscopy. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*. 39(6).420-431.
- Jenkins R. Jenkins R. 2000. X-ray Techniques: Overview. *Encycl. Anal. Chem*. 13269–13288.
- Laili R. Karakterisasi Lempung Cengar Aktivasi KOH Kalsinasi Pada 300 °C. *Jom Fmipa*. 2014;1(2):67-77.
- Lee S, Posarac D, Ellis N. 2011. Process simulation and economic analysis of biodiesel production processes using fresh and waste vegetable oil and supercritical methanol. *Chemical Engineering Research and Design*. 89(12). 2626-2642.
- Marulanda, V. F., Anitescu, G., Tavlarides LL. 2019. Biodiesel fuels through a continuous flow process of chicken fat supercritical transesterification. *Energy and Fuels*. 24(1). 253-260.
- Notodarmojo S. 1994. Pengolahan Air Berwarna: Kajian Terhadap Studi Laboratorium. *Makal Lokakarya Pengolah Air Berwarna, Palangkaraya*. 19.
- Priska P, Aliya NH, Wisma AA, Emil B. 2012. Adsorpsi Toksin Pada Kaolin Untuk Penyakit Diare. *Indonesian Journal of Materials Science*. 13(3). 230-235.
- Rafatullah M, Sulaiman O, Hashim R, Ahmad A. 2010. Adsorption Of Methylene Blue on Low-Cost Adsorbents: A Review. *Journal of Hazardous Materials*. 177(1-3).

- Razmehgir MH. 2022. Transesterification Of Waste Cooking Oil Using Clay/Cao As A Solid Base Catalyst. *Energy*. 242. 122536.
- Sadiana IM, Fatah AH, Karelius. 2018. Aktivasi Dan Karakterisasi Lempung Alam Asal Kalimantan Tengah Sebagai Salah Satu Alternatif Bahan Adsorben. *Seminar Nasional Pendidikan*. 216-226.
- Syukri S, Ferdian F, Rilda Y, Putri Y.E, Efdi M, Septiani U. Synthesis Of Graphene Oxide Enriched Natural Kaolinite Clay And Its Application For Biodiesel Production. 2021. *Int. Journal of Renewable Energy Development*. 10(2). 307-315
- Syukri S, Septioga K, Arief S, Putri Y.E., Efdi M, Septiani U. 2021. Natural Clay Of Pasaman Barat Enriched by Cao of Chicken Eggshells as Catalyst for Biodiesel Production. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering*
- Syukri, Fifi, Febiola, Rahmayeni, Mai, Efdi, Eka, Putri Yulia, Upita S. 2022. Effect Of Thermal Treatment And Nickel-Salt Modification on The Catalytic Performance Of The Illite- Kaolinite Clay From Bukittinggi of West Sumatra In Palm Oil. *HBMSTU Natural Sciences*, 2(101). 125-136.
- Tirta, IWS., Muhsin., Hesti W. 2018. Pengaruh Metode Aktivasi Pada Kemampuan Kaolin Sebagai Adsorben Besi (Fe) Air Sumur Garuda. *Konversi*. 5(2). 20-25.
- Yanti PH. 2015. Karakterisasi Lempung Alam Desa Gema Teraktifasi Fisika. *J. Of Chemistry Progress*. 8(1). 1-5.
- Zahrattunnisa, Hidayah N, Rezki, Mita R, Sari DP. 2016. Pengaruh Kalsinasi Tanah Lempung Gambut Terhadap Aktivasi Pada Proses Desalinasi Air. *Proseding Seminar Nasional Indonesia Kimia dan Sumber Daya Alam*. 2016. 4.