PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI *DEOILED SPENT BLEACHING CLAY* (DSBC) TERPILAR TiO_2 DENGAN PENAMBAHAN SURFAKTAN RARASAPONIN

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION TiO_2 PILLARED *DEOILED SPENT BLEACHING CLAY* (DSBC) WITH RARASAPONIN AS SURFACTANT

Nauval Dwi Fadillah*, Noor Hindryawati, Aman S. Panggabean

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

*Corresponding Author: valfadillah@gmail.com

Submit : 15 Oktober 2017 Accepted : 06 November 2017

ABSTRACT

Synthesis and characterization TiO_2 pillared deoiled spent bleaching clay (DSBC) with rarasaponin as surfactant has been conducted. The activation of DSBC was performed by H_2SO_4 1N. Characterization had been conducted use X-Ray Diffraction, Fluorescent Diffraction, Fourier Transform Infrared Spectroscopy and Scanning Electron Microscopy. The results showed cristality of TiO_2 pillared deoiled spent bleaching clay had increase until 72,5014 % after calcined 500 °C and expected there is Ti on layer based on SEM analysis.

Keywords: *TiO₂ Pillared, Deoiled Spent Bleaching Clay, Rarasaponin*

PENDAHULUAN

Dalam pengolahan minyak kelapa sawit terdapat beberapa tahapan yang harus dilalui seperti penghilangan getah kelapa sawit, penetralan, pemucatan dan penghilangan bau. Dalam proses pemucatan digunakan suatu material berpori seperti lempung (tanah liat) [1]. Pengolahan kelapa sawit di Indonesia pada tahun 2016 menyentuh angka 34 juta yang diperkirakan terdapat 34 ribu sisa lempung pemucat (*Spent Bleaching Clay*) yang terdapat di Indonesia [2]. *Spent Bleaching Clay* (SBC) digolongkan sebagai limbah buangan berbahaya (B3) berdasarkan PP No. 18 tahun 1999, karena terdapat kandungan minyak 20-40 % yang dapat memperburuk kualitas tanah dan udara [3][4] dan dalam menanggulangnya perusahaan hanya membuangnya ke *landfill* [2].

Untuk menanggulangi hal tersebut telah dilakukan beberapa penelitian seperti pemanfaatan SBC sebagai adsorben hingga template reaksi fotokatalitik namun sebelum digunakan kembali SBC perlu melewati tahapan ekstraksi terlebih dahulu untuk menghilangkan minyak yang terdapat dalam material tersebut agar dapat digunakan kembali, SBC akan berubah menjadi *deoiled spent bleaching clay* (DSBC) setelah melewati tahapan tersebut [5]. Untuk itu dalam jurnal ini akan melakukan pembuatan dan karakterisasi *deoiled spent bleaching clay* (DSBC)

terpilar TiO_2 dengan penambahan surfaktan rarasaponin untuk meningkatkan *basal spacing* dari material tersebut [6]. Kedepannya, diharapkan material ini dapat digunakan sebagai material fotokatalis limbah tekstil cair.

Dalam pengerjaannya, material fotokatalis ini akan dikarakterisasi dengan menggunakan X-ray Fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectra (FTIR) dan scanning electro microscopy (SEM).

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah TiO_2 , *Spent Bleaching Clay*, etanol 96 %, H_2SO_4 1N, buah klerak, n-heksan dan aquades. Peralatan yang digunakan dalam adalah peralatan gelas standar laboratorium kimia, oven merek kiran, kertas saring, pH indikator, ayakan 100 mesh, aluminium foil, neraca analitik, *ultrasonic cleaner* (Delta D86H), SEM JEOL JSM 501 LA, XRF Shimadzu edx 900 HS, XRD Shimadzu 700, FT – IR 501 Shimadzu.

Ekstraksi Buah Klerak

Buah klerak dikeringkan selama 4 hari, lalu di hancurkan hingga menjadi ukuran 80 mesh. Rasio aquades (mL) : klerak (g) yang digunakan adalah 2:1. Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan *soxhlet extractor* pada suhu 70 °C selama 180 menit. Hasil

yang didapat dipisahkan dengan evaporator pada suhu 100 °C.

Ekstraksi Minyak Pada SBC

SBC dipanaskan dalam oven pada suhu 105 °C selama 150 menit. Rasio antara SBC dan hexane yang digunakan sebesar 1:2 (g/g). Campuran tersebut dimasukkan ke dalam *ultrasonic cleaner* (menggunakan frekuensi 42 kHz, tegangan 235 W) pada suhu 55 ± 2 °C selama 30 menit. Hasil ekstraksi disentrifugasi pada 1000 rpm selama 5 menit. Dihitung % kandungan minyak SBC, setelah proses ini SBC akan diberi nama DSBC (*deoiled spent bleaching clay*)

Pembuatan DSBC Terpilair TiO₂

DSBC perlu diaktivasi terlebih dahulu dengan menggunakan H₂SO₄ 1N dengan perbandingan 2:1 (gr/gr) lalu direfluks selama 2 jam dengan suhu 96-98 °C, Spent bleaching clay yang telah teraktivasi dicuci dengan aquades hingga pH 7. Lalu dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam dan diberi nama DSBC-A

DSBC-A kemudian diberi surfaktan rarasaponin dengan rasio campuran rarasaponin, aquades dan DSBC-A sebesar 1(g): 50(g): 10 (g). Campuran tersebut di refluks selama 24 jam

dengan suhu 28 °C. Hasil yang didapat akan dipisahkan dan diberi nama DSBC-S

DSBC-S akan dipilarkan dengan TiO₂ dengan mencampurkan 0,4 g TiO₂ ke dalam gelas kimia 100 mL yang telah terisi 1 g *deoiled spent bleaching clay* (DSBC-S). Kemudian ditambahkan dengan 6 mL etanol 95 % disertai pengadukan dengan menggunakan pengaduk magnet selama 5 jam. Campuran kemudian dipisahkan dengan cara sentrifugasi yang dilanjutkan dengan pengeringan pada suhu 120 °C selama 5 jam. Lalu dilanjutkan pada tahap kalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi dengan XRF

Pada tabel 1 dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan logam Si dan pengurangan logam Ca serta Mn. Hal itu dikarenakan logam-logam tersebut larut saat proses aktivasi dengan menggunakan larutan H₂SO₄ 1N. Penggunaan H₂SO₄ sendiri bertujuan untuk membuka pori-pori pada material DSBC dengan melarutkan ion-ion berukuran kecil yang terdapat dipermukaannya[7]. Selain itu pengotor lain seperti SO₃, P₂O₅, logam Cr dan Cu juga mengalami penurunan. Hal ini diduga karena logam-logam tersebut larut dalam proses aktivasi yang mengakibatkan pori-pori dari material semakin terbuka. DSBC-A selanjutnya akan dipilirisasi

Tabel 1. Hasil Analisa XRF

Nama Sampel	Parameter									
	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	SiO ₂	MnO	SO ₃	ZnO	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	CuO
DSBC	28,618	21,713	3,599	29,363	0,522	2,276	0,059	13,711	0,105	0,034
DSBC-A	28,077	2,346	4,076	63,493	0,143	1,674	0,071	-	0,097	0,024

Karakterisasi dengan FTIR

Gambar 1. Hasil Analisa FTIR

Hasil analisa gugus fungsi menggunakan FTIR dilakukan dengan menginterpretasikan puncak-puncak serapan dari spektrum inframerah. Penambahan surfaktan berhasil dilakukan dengan adanya puncak serapan khas grup karbonil yaitu gugus C=O *stretching* pada rentang gelombang 1720,50 cm^{-1} yang tajam. Serta puncak serapan C-CH₂ *stretching* diwakili oleh spektrum dengan puncak serapan bilangan gelombang 1462,04 cm^{-1} dan 1033,85 cm^{-1} untuk gugus fungsi aromatik C=C *stretching*[8]. Struktur dari *montmorillonite* juga tidak mengalami perubahan dengan adanya spektrum dengan puncak serapan pada bilangan 511,14 cm^{-1} dan 462,92 cm^{-1} yang merupakan serapan khas Al-OH *stretching* dan Si-O *Stretching*. Hal ini juga diperkuat dengan

adanya muncul serapan pada panjang gelombang 796,60 cm^{-1} yang merupakan karakteristik dari SiO₂. Gugus fungsi C=O dan C-O ester merupakan gugus fungsi utama dari rarasaponin dan dikatakan penambahan surfaktan telah berhasil dilakukan. Setelah pemiliran TiO₂ dapat dilihat bahwa fotokatalis Ti-DSBC kehilangan gugus fungsi C=O yang ditandai tidak ada serapan pada panjang gelombang 1720,50 cm^{-1} . Serapan muncul pada 3429,43 cm^{-1} dan 1631,76 cm^{-1} yang mengindikasikan bahwa molekul H₂O berkurang dan digantikan dengan TiO₂. Serapan pada 1053,13 cm^{-1} menandakan adanya SiO₂ tetrahedral, hal ini mengindikasikan bahwa struktur Ti-DSBC tidak banyak mengalami perubahan setelah mengalami kalsinasi pada suhu 550 °C.

Karakterisasi dengan XRD

Gambar 2.Hasil XRD pada DSBC-A dan Ti-DSBC

Dari Gambar 2 (a) dapat dilihat pola XRD dari DSBC-A yang menunjukkan munculnya puncak-puncak pada $2\theta = 20,8595^\circ$, $25,5835^\circ$, $26,6393^\circ$, $35,1356^\circ$, $36,5431^\circ$ dan $50,1375^\circ$ dengan nilai *hkl*; [101], (012); (104); (110) dan (112) memberikan informasi bahwa jenis mineral yang terkandung dalam sampel tersebut berjenis *rectorite*. Adanya nilai $2\theta = 20,8595^\circ$, $26,6393^\circ$, $36,5431^\circ$ dengan *hkl* pada (100), (110) dan (101) mengindikasikan adanya SiO_2 dengan sistem kristal heksagonal, sedangkan pada $2\theta = 25,5835^\circ$, $35,1356^\circ$, $50,1375^\circ$ dengan *hkl* (012), (104) dan (112) mengindikasikan logam Al_2O_3 dengan sistem kristal rombohedral. *rectorite* merupakan salah satu nama dari jenis-jenis *Na-montmorillonite* yang tersusun dari lapisan dioktahedral mika dan lapisan dioktahedral *smeectite* dengan perbandingan 2:1 yang terhidrat oleh molekul H_2O . Rumus molekul dari *rectorite* sendiri $\text{Na}.\text{Al}_4(\text{Si}, \text{Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4.\text{H}_2\text{O}$ atau nama umumnya *allevardit* [9]. *Layer rectorite* memiliki ketebalan dengan ukuran panjang $40 \mu\text{m}$ dan lebar $5 \mu\text{m}$. Ukuran ini menyebabkan ukuran dari *rectorite* ini lebih besar dari pada ukuran *layer montmorillonite* pada umumnya. Pada Gambar 4.5 dapat disimpulkan material tersebut siap untuk dipilirisasi, karena dengan nilai *amorphousity* sebesar 44,1054 %.

Karakterisasi dengan SEM

Material ini cenderung lebih *amorphous* sehingga memungkinkan untuk mensubstitusi logam ke dalam rongga material tersebut.

Pada Gambar 2 (b) menunjukkan hasil XRD Ti-DSBC, berdasarkan JCPDS no. 88-1175 material Ti-DSBC memiliki logam Ti berjenis rutil dengan bentuk geometri tetragonal, hal ini dapat dilihat dengan mulunya *peak* baru pada $2\theta = 27,4460^\circ$; $36,0850^\circ$ dan $55,3216^\circ$ dengan nilai *hkl* berturut turut (110), (101) dan (211) [10]. Sedangkan penyusun utama dari DSBC (*rectorite*) yaitu SiO_2 dan Al_2O_3 muncul pada $2\theta = 42,4490^\circ$, $68,3161^\circ$ dengan *hkl* (111) dan (311) menunjukkan adanya pergeseran logam SiO_2 dan $2\theta = 25,5779^\circ$ dengan nilai *hkl* (012) menunjukkan adanya logam Al_2O_3 , dapat disimpulkan bahwa pergeseran 2θ dan *d-spacing* yang lebih besar pada Ti-DSBC menunjukkan bahwa adanya perbesaran rongga antar lapis material sehingga dapat diasumsikan TiO_2 dapat terpilarkan dalam ruang antar lapis material DSBC. Material Ti-DSBC juga mengalami peningkatan derajat kristalinitas menjadi 72,5014 % yang mana nilai ini lebih besar bila dibandingkan dengan DSBC-A yang memiliki derajat kristalinitas sebesar 55,8946 % [11]. Nilai derajat kristalinitas yang berbeda tersebut dikarenakan material Ti-DSBC telah dikalsinasi pada suhu 550°C .

Gambar 3. Mikrograf SEM dari DSBC-A perbesaran 10.000 kali

Gambar 4. Mikrograf SEM dari TI-DSBC perbesaran 10.000 kali

Gambar 3 diperoleh morfologi *layer* dari DSBC-A yang terlihat memiliki ukuran distribusi partikel sama. Dari gambar tersebut dapat dilihat pula bahwa tersedianya rongga yang memungkinkan untuk dimasukkan logam-logam. *Layer* tersebut diduga sebagai *rectoritedan* memiliki kemungkinan untuk dimasukkan logam Ti.

Gambar 4 diperoleh morfologi Ti-DSBC yang terlihat perubahan ukuran partikel dan diduga terdapat logam Ti berwarna putih yang menempel pada *layer* DSBC-S. Dari gambar tersebut juga dapat dilihat bahwa ukuran dari setiap partikel jauh lebih beragam bila dibandingkan dengan partikel DSBC-A. Hal itu dikarenakan material Ti-DSBC telah mengalami proses kalsinasi yang membuat kristalinitas dari material tersebut meningkat.

KESIMPULAN

Hasil analisis XRD berupa meningkatnya kristalinitas dari material Ti-DSBC menjadi 72,5014 % yang sebelumnya hanya sebesar 50,0556 % dan menurut JCPDS no. 88-1175

merupakan logam Ti berjenis Rutil. Hal ini diperkuat dengan data SEM yang menunjukkan morfologi permukaan pada DSBC-A ukuran partikel tergolong sama dan adanya rongga pada material tersebut. Namun pada material Ti-DSBC terlihat ukuran partikel menjadi lebih kecil dan terdapat partikel lain berwarna putih pada pori Ti-DSBC yang diperkirakan sebagai logam Ti.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Daous MM, Zahrani, Al A. *Reycling Of Spent Bleaching Clay And Oil Recovery*. Trans Ichem. 2000;78(May).
- [2] Kheang LS, Foon CS, May CY, Ngan MA. *A study of residual oils recovered from spent bleaching earth: their characteristics and applications*. Application Science. 2006;3(10):2063–7.
- [3] Debdoubi A, El Amarti A, Colacio E. *Production Of Fuel Briquettes From Esparto Partially Pyrolyzed*. Energy Convers Manag. 2005;46(11–12):1877–84.
- [4] Elyza F, Gofar N. *Identifikasi Dan Uji*

- Potensi Bakteri Lipolitik Dari Limbah Sbe (Spent Bleaching Earth) Sebagai Agen Bioremediasi.* 2015;13(1):12–8.
- [5] Aziz BK, Shareef FH. *Using Natural Clays and Spent Bleaching Clay as Cheap Adsorbent for the Removal of Phenol in Aqueous Media.* 2013;(2).
- [6] Chen D, Zhu Q, Zhou F, Deng X, Li F. *Synthesis and photocatalytic performances of the TiO₂ pillared montmorillonite.* Journal Hazard Mater. 2012;235–236:186–93
- [7] Tsai WT, Chen HP, Hsieh MF, Sun HF, Lai CW. *Regeneration Of Bleaching Clay Waste By Chemical Activation With Chloride Salts.* Journal Environment Science. 2003;38(4):685–96.
- [8] Kurniawan A, Sutiono H, Ju YH, Soetaredjo FE, Ayucitra A, Yudha A, et al. *Utilization of rarasaponin natural surfactant for organo-bentonite preparation: Application for methylene blue removal from aqueous effluent.* Microporous Mesoporous Mater 2011;142(1):184–93.
- [9] Wang Y, Zhang H, Wu Y, Yang J, Zhang L. *Preparation, Structure, And Properties Of A Novel Rectorite/Styrene-Butadiene Copolymer Nanocomposite.* J Application Polymer Science
- [10] Thamaphat K, Limsuwan P, Ngotawornchai B. *Phase Characterization of TiO₂ Powder by XRD and TEM.* Natural Science. 2008;42:357–61.
- [11] Boukhatem H, Djouadi L, Abdelaziz N, Khalaf H. *Applied Clay Science Synthesis , characterization and photocatalytic activity of CdS – montmorillonite nanocomposites.* Application Clay Science. 2013;72:44–8.