



PENGARUH KONSENTRASI ASAM NITRAT DAN TEMPERATUR KALSINASI PADA REAKTIVASI *SPENT BLEACHING EARTH*

Ahmad Fajrudin*), Supartono dan Woro Sumarni

Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima September 2016
Disetujui Oktober 2016
Dipublikasikan November 2016

Kata kunci:
Spent Bleaching Earth (SBE)
adsorpsi
reaktivasi
kalsinasi

Abstrak

Spent Bleaching Earth (SBE) merupakan limbah dari hasil pemucatan CPO. Sebagai limbah diharapkan SBE dapat dilakukan reaktivasi sehingga dapat digunakan kembali pada proses pemucatan CPO. Telah dilakukan penelitian mengenai cara reaktivasi *spent bleaching earth* (SBE) dengan variasi konsentrasi dari asam nitrat dan temperatur kalsinasi. Konsentrasi asam nitrat yang digunakan ialah 0,1-1 M dengan temperatur kalsinasi yaitu 200-500°C. Karakterisasi yang digunakan untuk SBE terreaktivasi ialah FT-IR spektrofotometer dan difraksi sinar-X (XRD). Uji penyerapan menggunakan larutan zat warna pakaian dengan konsentrai 500 ppm. Analisis FT-IR menunjukkan adanya pemutusan gugus fungsi hidroksi dan karbon karena pengaruh temperatur kalsinasi. Analisis XRD menunjukkan setelah diberi perlakuan pengasaman dan kalsinasi tidak menunjukkan adanya kerusakan struktur dari SBE yang terreaktivasi. Analisis spektrofotometer UV-Vis menunjukkan kapasitas adsorpsi terbaik yaitu 45,5873 g/g.

Abstract

Spent bleaching earth (SBE) is a waste of bleaching CPO factory. As expected SBE waste reactivation can be reused for bleaching CPO again. Research has been done on how the reactivation of spent bleaching earth (SBE) with varying concentrations of nitric acid and calcination temperature. The concentration of nitric acid used is 0.1-1 M with calcination temperature is 200-500°C. Characterization SBE is used for FT-IR spectrophotometer and X-ray diffraction. Absorption test using a solution of the dye clothes with concentration 500 ppm. FT-IR analysis showed the termination of hydroxy functional groups and carbon because of the temperature calcinations influence. XRD analysis showed that after treatment by acidification and calcining did not show any damage to the structure of reactivation SBE. UV-Vis spectrophotometer analysis shows the best the adsorption capacity that is 45.5873 g/g.

Pendahuluan

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam yang sangat berlimpah dimana salah satunya adalah hasil tambang seperti tanah lempung. Tanah lempung memiliki kemampuan sebagai adsorben yang potensial apabila diolah dengan benar. Dengan kemampuannya sebagai adsorben maka lempung banyak digunakan untuk industri pemucatan minyak seperti minyak cengkeh dan juga *Crude Palm Oil* (Sahara; 2011).

Spent bleaching earth (SBE) adalah limbah padat yang dihasilkan dari industri pemucatan minyak sawit (CPO). Perlakuan awal pada pemucatan CPO terdiri dari proses penghilangan gum dan pemucatan yang menghasilkan SBE dalam jumlah yang banyak. SBE sebagai hasil samping masih mengandung minyak. Sebagaimana besar SBE dibuang ke lahan kosong yang dapat menyebabkan kebakaran dan bahaya pencemaran lingkungan karena kandungan minyak pada SBE, sehingga dibutuhkan proses yang dapat mengkonversi kandungan minyak pada SBE (Chang, *et al.*; 2006).

SBE dapat diregenerasi sehingga menghasilkan daya pemucat mendekati daya pemucat *bleaching earth* semula. Hal ini dikarenakan *bleaching earth* memiliki kemampuan untuk melakukan pertukaran ion, selain itu gaya yang dihasilkan pada adsorpsi fisik ini adalah gaya *Van der Waals* dengan membentuk ikatan hidrogen yang lemah sehingga mudah diputuskan. Zat yang diadsorpsi bersifat reversibel, sehingga relatif mudah dilepaskan dari permukaan adsorben dengan cara melakukan reaktivasi. Sehingga SBE hasil reaktivasi dapat digunakan kembali sebagai adsorben pada pemucatan CPO, dengan cara ini maka dapat menghemat penggunaan *bleaching earth* (Fikri & Kusumadewi; 2005).

Zat warna pakaian warna merah lombok dapat digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi karena zat warna pakaian memiliki molekul dengan sistem elektron terdelokalisasi dan mengandung dua gugus yaitu kromofor dan auksokrom. Kromofor berfungsi sebagai penerima elektron, sedangkan auksokrom sebagai pemberi elektron yang mengatur kelarutan dan warna. Gugus kromofor yang penting yaitu gugus azo (-N=N-), gugus karbonil (-C=O), gugus etilen (-C=C-), dan gugus nitro (-NO₂). Sedangkan beberapa gugus auksokrom yang penting adalah -NH₂, -COOH, -SO₃H dan -OH (Ramachandran, *et al.*; 2009).

Kapasitas adsorpsi merupakan banyaknya adsorbat yang terjerap dalam SBE tereaktivasi. Berdasarkan data yang diperoleh dari spektrofotometer UV-Vis, dapat dianalisis untuk menentukan keadaan *bleaching earth* yang memberikan daya serap paling maksimum dengan menggunakan rumus (Yusnimar; 2010):

$$Q_e = \frac{C_o - C_e}{m} \times v$$

dimana: Q_e = kapasitas adsorpsi (mg wantex/g *bleaching earth*), C_o = konsentrasi awal (ppm); C_e = konsentrasi sisa (ppm); m = berat sampel (g); v = volume larutan (mL).

Metode Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: ayakan 100 mesh, neraca analitik, oven, *furnace*, FT-IR *spectrophotometer*, difraksi sinar-X, spektrofotometer UV-Vis. Bahan yang digunakan adalah *spent bleaching earth* (SBE) dari PT. *SMART Tbk*, HNO₃, aquades, kertas saring, zat warna pakaian warna merah.

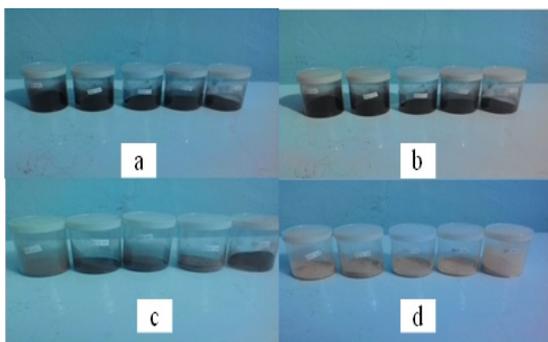
Penelitian ini diawali dengan reaktivasi SBE menggunakan variasi larutan asam nitrat dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,5; 0,7 dan 1 M dengan perbandingan 1:10 (g/mL) yang ditambahkan kedalam sampel SBE. Campuran diaduk dengan pengaduk magnet selama 1 jam dengan temperatur 70°C dan 300 rpm. Residu padat dicuci dengan aquades dan dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 105°C selama 24 jam berdasarkan Suryani, *et al.* (2013). Proses kalsinasi dilakukan pada variasi temperatur 200, 300, 400, dan 500°C selama 2 jam berdasarkan Kostjukovs, *et al.* (2011). Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan difraksi sinar-X. SBE tereaktivasi selanjutnya dilakukan uji penyerapan terhadap zat warna pakaian warna merah lombok. Filtrat hasil penyerapan kemudian diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 500 nm.

Hasil dan Pembahasan

Berdasarkan hasil proses reaktivasi SBE diperoleh 20 sampel padatan. Analisis secara fisik ialah kenampakan warna dari SBE tereaktivasi yang terdapat pada Gambar 1. Secara visual warna dari SBE hitam hingga keabu-abuan. Warna hitam yang terdapat pada SBE ini disebabkan karena senyawa organik yang terjerap didalam struktur SBE kemudian dikalsinasi dan menjadi arang.

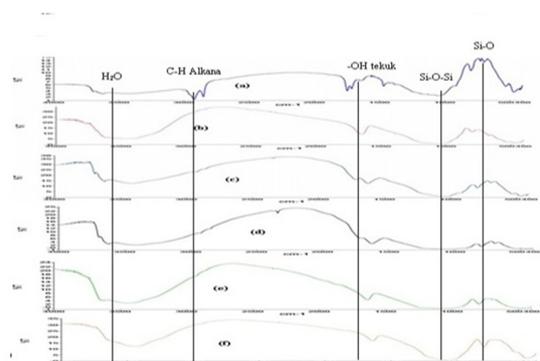
Setelah perlakuan pengasaman dan kalsinasi warna SBE cenderung menjadi abu-abu,

hal ini mengindikasikan bahwa senyawa organik yang terdapat pada struktur SBE terlepas. Pada aktivasi menggunakan asam mula-mula terjadi pertukaran kation dari garam mineral (Ca^{2+} dan Mg^{2+}) pada lapisan interlayer *bleaching earth* dengan ion H^+ dari asam, kemudian diikuti dengan pelarutan ion Al^{3+} dan ion logam lainnya seperti Fe^{3+} dari lapisan *lattice bleaching earth*. Akibat pelarutan ion Al^{3+} , maka *bleaching earth* menjadi bermuatan negatif sehingga meningkatkan kemampuan penyerapannya dan meningkatkan luas permukaannya (Hymore dalam Suryani, *et al.*; 2013).



Gambar 1. SBE tereaktivasi temperatur kalsinasi (a) 200, (b) 300, (c) 400, (d) 500°C

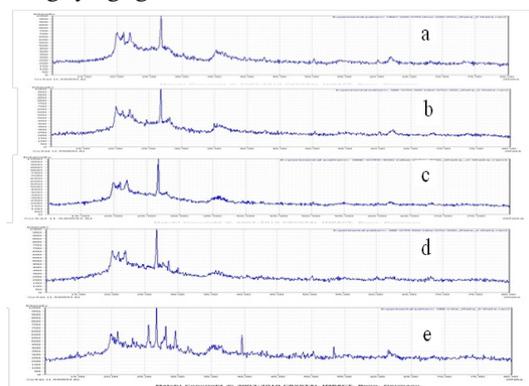
Berdasarkan hasil analisis menggunakan FT-IR pada Gambar 2.(a) menunjukkan adanya ikatan C-H alkana pada *spent bleaching earth* yang muncul pada 2924,39 & 2853,68 cm^{-1} dan gugus $-\text{CH}_3$ yang ada didaerah 1467,28 cm^{-1} . Munculnya *peak* tersebut dimungkinkan dari struktur beta-karoten dan senyawa organik yang terjepit pada pori-pori *bleaching earth*. Namun pada Gambar 2.(b) sampai 2.(f) tidak muncul *peak* C-H alkana dan juga gugus $-\text{CH}_3$ karena adanya pemutusan ikatan yang disebabkan penambahan asam dan juga kalsinasi (Widihati; 2009).



Gambar 2. Spektrum FT-IR (a). SBE (b). VBE, SBE tereaktivasi kalsinasi (c). 200 (d) 300 (e) 400 (f) 500°C

Penambahan asam dan kalsinasi juga mengakibatkan terjadinya perubahan serapan di

daerah 1746,66 cm^{-1} tidak tampak lagi. Begitu juga pada sampel SBE muncul serapan pada 913,41 cm^{-1} yaitu merupakan gugus Al-O regang. Setelah ada penambahan asam dan juga kalsinasi pita serapan didaerah 913,41 cm^{-1} tidak tampak lagi. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan asam dan kalsinasi mengakibatkan hilangnya gugus Al-O aluminosilikat.



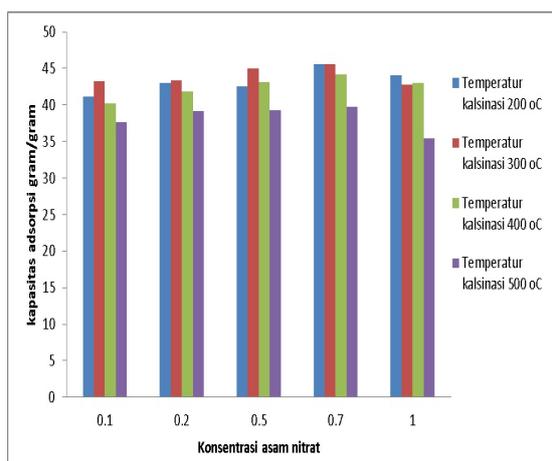
Gambar 3. Difraktogram SBE tereaktivasi pada temperatur kalsinasi (a). 200C (b) 300C (c) 400 (d) 500°C (e) *Virgin Bleaching Earth* tanpa perlakuan

Berdasarkan hasil analisis menggunakan XRD pada Gambar 3 identifikasi menggunakan XRD menunjukkan adanya kemiripan pola-pola difraksi dari VBE dan SBE tereaktivasi. Kemiripan tersebut terdapat pada posisi sudut 2θ dari tiap-tiap *peak* pada pola-pola difraksi yang dibandingkan yaitu pada 2θ 20,9°, 26,76°, 36,63°, 39,41° merupakan *peak* dari SiO_2 . Pada *peak* yang mirip ini menunjukkan bahwa struktur dari SBE tidak mengalami kerusakan. Namun, terdapat perbedaan intensitas beberapa *peak* pada VBE dan SBE tereaktivasi yang dibandingkan, VBE memiliki intensitas 514,86 dan SBE tereaktivasi secara berurutan dari 200-500°C memiliki intensitas 581,86; 447,77, 478,56 dan 519,77. Hal ini menunjukkan adanya perbedaan kandungan (%) unsur-unsur penyusun kerangka struktur tanpa mengubah kerangka struktur aluminosilikat-aluminosilikat utama penyusun SBE tereaktivasi.

Kapasitas adsorpsi digunakan untuk mengetahui banyaknya zat warna yang berhasil diserap oleh SBE tereaktivasi dengan membagi banyaknya konsentrasi yang terserap dengan berat sampel yang dikali dengan volume larutan. Hasil dari kapasitas adsorpsi dapat dilihat Gambar 4.

Kapasitas adsorpsi dengan konsentrasi HNO_3 terbaik yaitu 0,7 M. Kapasitas adsorpsi sangat ditentukan oleh luas permukaan dan volume pori-pori dari adsorben tersebut (Suarya;

2008). Kapasitas adsorpsi tertinggi yaitu pada kalsinasi 300°C sebesar 45,5873 g/g lebih tinggi dari pada sampel yang lain. Namun mengalami penurunan pada kalsinasi 400 dan 500°C hal ini karena perlakuan kalsinasi yang diberikan pada RSBE menyebabkan jarak antar lapis/layer RSBE menurun sehingga luas permukaan RSBE berkurang. Berkurangnya luas permukaan RSBE berpengaruh terhadap daya adsorpsi, sehingga banyak sedikitnya zat yang dapat diadsorpsi tergantung dari luas permukaan adsorben (Filayati & Rusmini; 2012).



Gambar 4. Kapasitas adsorpsi

Pada penelitian Kostjukovs, *et al.* (2011) telah melakukan regenerasi SBE dengan temperatur kalsinasi 300-450°C. Temperatur kalsinasi terbaik yaitu pada 300°C karena kapasitas adsorpsi sebesar 0,50 mmol/g. Setelah temperatur kalsinasi 400°C kapasitas adsorpsi menjadi sebesar 0,45 mmol/g. Pemanasan pada temperatur yang lebih tinggi dari 300°C akan menyebabkan lepasnya gugus OH dari dalam kerangka SBE, sehingga struktur SBE pada sisi lembaran dioktahedral dan tetrahedralnya dapat mengalami kerusakan (Wijaya, *et al.*; 2002).

Simpulan

Spent Bleaching Earth yang telah diberi perlakuan asam nitrat dan kalsinasi tidak lagi mengandung senyawa organik dan juga hidrokarbon. Penambahan asam nitrat dan juga kalsinasi tidak menyebabkan struktur dari SBE terreaktivasi rusak. Hasil penyerapan terbaik terhadap zat warna pakaian yaitu pada Konsentrasi asam nitrat terbaik pada 0,7 M dan Temperatur kalsinasi 300°C.

Ucapan terima kasih

Terimakasih penulis ucapkan kepada pihak Nano Center Indonesia Pusat Inovasi LIPI (*PT. Nanotech Inovasi Indonesia*) sebagai pemberi beasiswa penelitian dan bapak Dr. Nurul Taufiq Rochman M.Eng selaku kepala Nano Center Indonesia beserta semua staff dan teknisi yang telah membantu penelitian ini hingga selesai.

Daftar Pustaka

- Chang, J.I., Tai, H.S., & Huang, T.H. 2006. Regeneration of Spent Bleaching Earth by Lye-Extraction. *Journal of Wiley interscience*, 25(4): 374-375
- Fikri, M.E., & Kusumadewi, R. 2005. Regenerasi Bentonit Bekas Secara Kimia Fisika dengan Aktivator Asam Klorida dan Pemanasan pada Proses Pemucatan CPO. *Jurnal Universitas Lampung*, 4(2): 16-17
- Filayati, M.R., & Rusmini. 2012. Pengaruh Massa Bentonit Teraktivasi H₂SO₄ Terhadap Daya Adsorpsi Iodium. *Journal of Chemistry Universitas Negeri Surabaya*. 1(1): 59-61
- Kostjukovs, J., Sarcevic, I., & Actins, A. 2011. Thermal Regeneration Model for Spent Montmorillonite Sorbent. *Latvian Journal of Chemistry*, : 242-249
- Nukman. 2008. Dekomposisi Volatile Matter dari Batubara Tanjung Enim dengan Menggunakan Alat Thermogravimetry Analyzer (TGA). *Makara teknol*, 12: 65-59
- Rahmacandran, Ganesan, P., Hariharan, S. 2010. Decolorization of Textile Effluent-An Overview. *EI(I) Journal*, 9.
- Sahara, E. 2011. Regenerasi Lempung Bentonit dengan NH₄⁺ Jenuh yang Diaktivasi Panas dan Daya Adsorpsinya Terhadap Cr(III). *Jurnal Kimia Universitas Udayana Bali*. 5(1): 81-87
- Suryani, A., Pari, G., & Aswad, A. 2013. Proses Reaktivasi Tanah Pemucat Bekas Sebagai Adsorben untuk Pemurnian Minyak Sawit Kasar dan Biodisel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 25(1): 52-67
- Widihati, I.A. Gede. 2009. Adsorpsi Ion Pb²⁺ oleh Lempung Terinterkalasi Surfaktan. *Jurnal Kimia, Universitas Udayana Bali*. 3(1): 27-32
- Wijaya K, Pratiwi, A.S., Sudiono, S., & Nurahmi, E. 2002. Study Kestabilan Termal dan Asam Lempung Bentonit. *Indonesian Journal of Chemistry*, 2(1): 22-29