

JURNAL RISET

TEKNOLOGI PENCEGAHAN PENCEMARAN INDUSTRI

Vol. 8, No. 2, November 2017

Pengaruh Aktivasi Karbon Aktif dari Tandan Kosong Kelapa Sawit terhadap
Adsorpsi Kadmium Terlarut
Nida Sopiah, Djoko Prasetyo, Dwindrata B Aviantara

Pengolahan Air Limbah Tekstil Berbasis Ozonisasi Katalitik dengan Katalis
Besi(III) Oksida (Fe_2O_3) dan Aluminium Oksida (Al_2O_3) Menggunakan
Difuser Mikro
Rame, Agus Purwanto, Agung Budiarto

Preparasi dan Karakterisasi Katalis Asam Padat Berbasis Niobia untuk
Produksi Senyawa Glukosa
Adid Adep Dwiatmoko, Nino Rinaldi

Analisis Penggunaan Quicklime sebagai Adsorben Uap Asam pada
Sump Pit Water Treatment Plant PLTGU
Adhi Setiawan, Hanoni, Agung Nugroho

Kemampuan Isolat Bakteri *Halocferax Spp* dalam Meningkatkan
Kemurnian Garam NaCl pada Proses Kristalisasi
Nilawati, Marihati, Rizal Awaludin Malik

JURNAL RISET Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri	Vol. 8	No. 2	Halaman 55 - 103	Semarang, November 2017	ISSN No. 2087-0965
---	--------	-------	---------------------	----------------------------	--------------------



**Kementerian
Perindustrian**
REPUBLIK INDONESIA

Diterbitkan Oleh :

**BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
BALAI BESAR TEKNOLOGI PENCEGAHAN PENCEMARAN INDUSTRI**



Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Volume 8 No. 2, November 2017

TUJUAN DAN RUANG LINGKUP

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (JRTPPPI) adalah majalah ilmiah yang berdedikasi sebagai media diseminasi dari hasil penelitian atau kajian teknologi. Makalah yang dipublikasikan adalah makalah dari hasil penelitian yang original, dan kajian/review artikel yang fokus pada :

Teknologi Lingkungan : teknologi yang dibuat untuk pencegahan pencemaran air, udara, serta pengelolaan limbah padat dan B3.

Teknologi Proses dan Simulasi : teknologi dan atau simulasi mengenai proses produksi yang dapat meminimisasi limbah atau dampak kerusakan lingkungan.

Desain Peralatan : rekayasa alat yang dapat meningkatkan efisiensi proses, akurasi pengukuran dan deteksi polutan.

Fabrikasi Material : pembuatan material untuk substitusi, bahan alternative yang lebih ramah lingkungan hingga penyusunan teknologi baru.

Sumber Daya : rekayasa proses/teknologi/konservasi untuk menghasilkan energi
JRTPPPI mempunyai visi menuju jurnal internasional yang bereputasi dengan

kontribusi keilmuan yang bermanfaat untuk komunitas global.

PENANGGUNG JAWAB

Ir. Tiuk Purwati Widowati, MP
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

PENGARAH

Drs. Krus Haryanto, M.Si
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Ir. Didik Harsono
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

CHIEF EDITOR

Dr. Aris Mukimin, S.Si., M.Si
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

MITRA BESTARI

Prof. Dr. Ir. Eddy Hermawan, M.Sc
Lembaga Penerbangan dan Antariksa Nasional

Prof. Dr.rer,nat. Karna Wijaya, M.Eng
Universitas Gadjah Mada

Prof. Dr. Ir. Muhammad Nasikin, M.Eng
Universitas Indonesia

Prof. Dr. Ir. Purwanto, Dipl.EP., DEA
Universitas Diponegoro

Prof. Dr.Eng. Eniya Listiani Dewi, B.Eng., M.Eng

Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi

Dr. Bambang Cahyono, M.Sc
Universitas Diponegoro

Dr. Ir. Edwan Kardena
Institut Teknologi Bandung

Dr. Oman Zuas
Pusat Penelitian Kimia-LIPI

REVIEWER

Dr. Ir. Nani Harihastuti, M.Si
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Drs. M. Mocnir, M.Si
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Ir. Djarwanti
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Dra. Muryati, Apt
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Ir. Nilawati
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Cholid Syahroni, S.Si., M.Si
Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Volume 8 No. 2, November 2017

DESKRIPSI

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (JRTPPI) diterbitkan oleh Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (BBTPPI) – Badan Penelitian dan Pengembangan Industri, Kementerian Perindustrian. JRTPPI dipublikasikan secara online dua kali dalam setahun.

ISSN edisi cetak : 2087-0965

ISSN edisi elektronik : 2503-5010

Edisi elektronik tersedia pada :

ejournal.kemenperin.go.id/jrtppi

INDEKSASI

Terindeks di Directory Of Open Access Journals (DOAJ), Crossref, Indonesian Scientific Journal Database (ISJD), Mendeley, Infobase Index, Indonesian Publication Index (IPI), Bielefeld Academic Search Engine (BASE), Google Scholar, Directory of Research Journals Indexing (DRJI).

ALAMAT REDAKSI

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (BBTPPI).

Jalan Ki Mangunsarkoro No. 6
Semarang, Jawa Tengah, 50136
Indonesia.

Telp. +62 24 8316315

Fax. +62 24 8414811

e-mail: jurnalrisettpi@kemenperin.go.id

Jam kerja : Senin – Jumat

07.30 – 16.00 GMT+7

EDITORIAL BOARD

Rame, S.Si, M.Si

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Bekti Marlina, ST, M.Si

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Novarina I. Handayani, S.Si, M.Si

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Ikha Rasti Julia Sari, ST, M.Si

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Hanny Vistanty, ST, MT

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Silvy Djayanti, ST, M.Si

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Moch. Syarif Romadhon, S.Si, M.Sc

University of Cambridge, London

MANAGING EDITOR

Nur Zen, ST

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Januar Arif Faukurrehman, ST

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

SEKRETARIS

Farida Crisnaningtyas, ST

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Syarifah Arum K., ST., M.Si., MAIE

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

COPY EDITOR

Rustiana Yuliasni, ST, M.Sc

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Kukuh Aryo Wicaksono, ST

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

LAYOUT EDITOR

Agus Purwanto, ST

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Rizal Awaludin Malik, S.Si

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

PROOFREADER

Nanik Indah Setianingsih, STP

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Agung Budiarto, ST

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

DISTRIBUSI

Eko Widowati

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Santoso

Balai Besar Teknologi Pencegahan
Pencemaran Industri

Jurnal Riset
Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Volume 8 No. 2, November 2017

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah Robbil ‘alamin, Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri (JRTPPI) menghadirkan kembali artikel-artikel ilmiah khususnya dibidang teknologi lingkungan melalui volume 8 no 2. Apresiasi yang tinggi kami tujukan kepada author, editorial board, Kepala BBTPPI dan Kepala Bidang beserta Kasei Litbang yang telah aktif berperan serta sehingga mampu mempertahankan konsistensi kualitas terbitan berkala dengan tepat waktu.

JRTPPI tetap menjalankan pengelolaan naskah berdasar sistem OJS yang menyeluruh dari *submission*, *review* dan *editing*. Para author telah sedikit banyak memahami dan menyesuaikan pilihan e-jurnal ini sehingga tercatat telah terjadi peningkatan aktivitas pengiriman naskah. Status sampai saat ini tercatat 1 naskah *unassigned*, 6 *in review* dan 5 *in editing* selain beberapa naskah yang terpaksa harus ditolak (*reject*). Trend keberterimaan ini akan menjadi pertimbangan penting untuk menuju jurnal yang berkualitas sebelum melangkah ke rintisan terindeksasi global.

Artikel yang termuat dalam edisi ini terdiri dari tiga kelompok penting, yaitu: pemanfaatan material alam (limbah biomass), teknologi pengolahan limbah berkualifikasi *advance* dan implementasi biotek dibidang pangan yang pro lingkungan. Kelima naskah yang diterima di edisi ini berasal dari BPPT, LIPI, BBTPPI dan Politeknik. Durasi pengiriman, penelaahan dan editing dari naskah-naskah tersebut berkisar antara 2-3 bulan.

Semoga artikel ilmiah ini dapat menambah sumber pengetahuan dan pengalaman bagi para pembaca baik dari kalangan akademisi, peneliti, industri maupun masyarakat luas. Kami menyadari bahwa tidak ada sesuatu yang sempurna maka peningkatan dari semua pihak yang terlibat senantiasa terus dilakukan.

Semarang, November 2017



Chief Editor

Jurnal Riset
Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Volume 8 No. 2, November 2017

DAFTAR ISI

Pengaruh aktivasi karbon aktif dari tandan kosong kelapa sawit terhadap adsorpsi kadmium terlarut Nida Sopiah, Djoko Prasetyo, Dwindrata B Aviantara	55-66
Pengolahan air limbah tekstil berbasis ozonisasi katalitik dengan katalis besi(III) oksida (Fe_2O_3) dan aluminium oksida (Al_2O_3) menggunakan difuser mikro Rame, Agus Purwanto, Agung Budiarto	67-75
Preparasi dan karakterisasi katalis asam padat berbasis niobia untuk produksi senyawa glukosa Adid Adep Dwiatmoko, Nino Rinaldi	76-80
Analisis penggunaan quicklime sebagai adsorben uap asam pada <i>sump pit water treatment plant PLTGU</i> Adhi Setiawan, Hanoni, Agung Nugroho	81-91
Kemampuan isolat bakteri <i>Halocferax spp</i> dalam meningkatkan kemurnian garam NaCl pada proses kristalisasi Nilawati, Marihati, Rizal Awaludin Malik	92-103

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Volume 8 No. 2, November 2017

LEMBAR ABSTRAK

e-ISSN 2503-5010

p-ISSN 2087-0965

Tanggal diterbitkan 21 November 2017

Nida Sopiah, Djoko Prasetyo, Dwindrata B Aviantara (Center of Water and Waste Treatment Technology)

The effect activation of activated carbon from oil palm empty fruit bunches to dissolved cadmium adsorption

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 55-64, 2 ill, 5 tab, 18 ref

Oil Palm Empty Fruit Bunches (OPEFB) are biomaterials that have potential to be developed as a raw material for activated carbon. OPEFB consists of 55-60% lignocellulose which is can be utilized as an adsorbent to treat heavy metals. In this study the activated carbon from OPEFB was prepared by carbonization at 300, 350 and 400°C for 60 minutes followed by chemical activation using sodium acetate 1N, ammonium chloride 1N and ammonium sulfate 1N with heating temperatures at 120°C for 60 minutes and ambient temperature respectively. The formed adsorbents were tested by using 1:15 ratio (w/v) to adsorb the dissolved cadmium. The results showed that activated carbon which was activated by using sodium acetate 1N had the highest adsorption compared to ammonium chloride 1N and ammonium sulfate 1N. Activated carbon which was treated at ambient temperature by using sodium acetate 1N had adsorption of dissolved cadmium in amount of 99.3% (w/v) at 350°C and 96.51% (w/v) at 300°C, whilst by heating temperatures of 120°C for 60 minutes, its adsorption of dissolved cadmium was 100% (w/v) at 350°C.

(Author)

Keywords : oil palm empty fruit bunches (OPEFB), activated carbon, adsorbent

Rame, Agus Purwanto, Agung Budiarto (Center of Industrial Pollution Prevention Technology, Semarang)

Treatment of textile waste water based catalytic ozonation with iron (III) oxide (Fe_2O_3) and aluminum oxide (Al_2O_3) catalysts using micro diffuser

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 65-74, 4 ill, 4 tab, 35 ref

The advanced oxidation process (AOP) is a potential wastewater treatment technology for the textile industry. The weakness of this technology is the use of H_2O_2 which has implications on operational costs and increased acidity levels. The integrated catalytic ozonation technology of Fe_2O_3 and Al_2O_3 catalysts with micro diffuser is a cheap and efficient solution alternative. The catalytic ozonation was carried out by variation of catalyst dose 500 g, 1000 g, 1500 g and ozone flow 1, 2, 3, 4 L/min with the volume of wastewater 20 L. Optimization of catalytic ozonation process was done through variation of contact time. The performance of catalyst function is measured by usage life. Reactor performance indicators are measured by color, temperature, TSS, COD and BOD_5 parameters. The best catalytic ozonation conditions for the dose of 1000 g of Fe_2O_3 and Al_2O_3 , catalytic ozonation time of 20 minutes with ozone flow 2 L / min.

(Author)

Keywords : catalytic ozonation, Fe_2O_3 , Al_2O_3 , micro diffuser

Adid Adep Dwiarmoko^{1,2}, Nino Rinaldi² (¹University of Science and Technology, Yusong-gu, Daejeon, ²Research Center for Chemistry, LIPI, Serpong)

Preparation and Characterization of Solid Acid Based on Niobia for Glucose Production

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 75-80, 2 ill, 1 tab, 13 ref

The niobia-based solid acid catalyst has been prepared and tested for hydrolysis reaction of cellobiose to produce glucose. To increase its activity, the catalyst surface is modified using phosphoric acid. Catalyst characterization was performed using X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), X-ray diffraction (XRD), and ammonia-temperature programmed desorption ($\text{NH}_3\text{-TPO}$). Surface modification of catalyst increased catalyst selectivity to glucose from the hydrolysis reaction. It is believed that the main contribution that causes the increased selectivity was the formation of the dihydrogen phosphate species on the surface of the catalyst, which was the resultant reaction between phosphoric acid and niobic acid. This

study shows that surface modification of niobic acid catalyst promotes the formation of an important product of cellobiose, which can also be applied for cellulose from biomass.

(Author)

Keywords : niobia, catalyst, hydrolysis, glucose, cellobiose

Adhi Satriawan¹, Hanoni², Agung Nugroho³ (¹Waste Treatment Engineering, Shipbuilding Institute of Polytechnic Surabaya, ²Works Safety and Health Engineering, Shipbuilding Institute of Polytechnic Surabaya)

Analysis application of quicklime as vapour acid adsorbent in the sump pit water treatment plant PLTGU

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 82-92, 10 ill, 1 tab, 31 ref

Acid vapor is one of the air pollutants which potentially harmful to human health and corrosion problem to the instrumentation. The use of quicklime as the adsorbent become an affordable and effective alternative in reducing HCl vapour emissions in the air. Corrosion problems often occur in equipment around WTP area due to HCl content in regeneration reaction residue disposed in the sump pit. Volatility and highly corrosive properties in HCL generate acid vapor around the pit sump, trigger corrosion of equipment in the WTP area. The purpose of this study is to determine the highest adsorption capacity using quicklime, with CaO purity about 22% and 52% respectively. The particle size of quicklime was 100 mesh and 200 mesh respectively. The XRD analysis indicated the formation of CaClOH because of HCl adsorption by quicklime. These products were formed as a result of reactions between CaO and Ca(OH)₂ with a vapor of HCL. Increasing the purity of quicklime accompanied by lowering the size particles increase the capacity of HCL vapour adsorption. TGA (Thermal Gravimetry Analysis) showed that quicklime with CaO purity 52 % and size of 200 mesh had the highest adsorption capacity compared to other quicklime samples, which was about 0.121 mg HCL/mg adsorbent.

(Author)

Keywords : adsorption, quicklime, HCL, TGA

Nilawati, Marihati, Rizal Awaludin Malik (Center of Industrial Pollution Prevention Technology, Semarang)

The ability of *Haloferax* spp bacteria isolates to increase the purity of NaCl salt in the crystallization process

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 93-104, 6 ill, 2 tab, 41 ref

Traditional salt consisted a low purity of NaCl of 84-90%. There has been researched to improve the purity of NaCl using red halophilic, *Haloferax* spp. However the role and capability of these bacteria in the salt crystallization process is still unclear. Therefore

this study aims to determine the ability of *Haloferax* spp bacteria in the process of salt crystallization and the quality of resulted salt NaCl. This research was divided into two stages. First stage was to determine of the number of starters for crystallization and second stage focused on experiments of crystallization. The measured parameters were absorbance (OD 600), purity of crystallized NaCl, salt solution concentration (⁰Be), turbidity, crystal color, and microscopic observation. The variable in the first stage were the composition of inoculum as starter. The variable in the second study was the comparison between old salt water with the addition of halophilic consortium, the addition of LB nutrition (*Luria bertani*) and old salt water only as a control. The results showed that the best composition for crystallization process was 10% isolate concentration and the addition of crystallization process was 1%. In the second study, the increasing of salt concentration in 7 days was obtained in *Haloferax* spp and LB + control treatment, the highest turbidity was obtained by the halophilic consortium treatment, and the best crystal synthesis of salt was achieved by *Haloferax* spp treatment. The resulted salt from the addition of *Haloferax* spp bacteria had the highest value of NaCl 94.64%, while the resulted NaCl from treatment with halophilic bacteria consortium, control with the addition of LB nutrient, and control were 92.84%, 92.51% and 91.0% respectively.

(Author)

Keywords: *Haloferax* spp, Halophilic, NaCl salt, environmental friendly

Nida Sopiah, Djoko Prasetyo, Dwindrata B Aviantara (Balai Teknologi Pengolahan Air dan Limbah, BPTP1)

Pengaruh aktivasi karbon aktif dari tandan kosong kelapa sawit terhadap adsorpsi kadmium terlarut

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 55-64, 2 ill, 5 tab, 18 ref

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) merupakan biomaterial yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan dasar karbon aktif. Adanya lignoselulosa sebesar 55-60% memungkinkan untuk dikarbonisasi dan diaktivasi menjadi adsorben logam berat. Pada penelitian ini C-aktif dari tandan kosong kelapa sawit dikarbonisasi pada suhu 300°C, 350°C dan 400°C selama 60 menit, dilanjutkan dengan aktivasi kimia C-aktif menggunakan natrium asetat 1N, amonium klorida 1N dan amonium sulfat 1N selama 60 menit. Masing-masing dengan dua perlakuan, yaitu aktivasi dengan pemanasan pada suhu 120°C selama 60 menit dan aktivasi tanpa pemanasan. Uji adsorpsi C-aktif dilakukan terhadap larutan kadmium dengan rasio sebesar 1:15 (b:v). Hasil penelitian menunjukkan bahwa C-aktif yang diaktivasi menggunakan natrium asetat 1 N memberikan kemampuan adsorpsi yang paling baik dibandingkan ammonium klorida dan ammonium sulfat. Aktivasi kimia C-aktif yang dikarbonisasi pada suhu 350°C dan diaktivasi menggunakan natrium asetat pada suhu ambien mampu

mengadsorpsi kadmium terlarut sebesar 99,3% (b/v) dan 96,51% (b/v) pada suhu karbonisasi 300°C. Sedangkan aktivasi C-aktif yang dikarbonisasi pada suhu 350°C dengan pemanasan 120°C selama 60 menit mampu mengadsorpsi kadmium terlarut sebesar 100% (b/v).

(Author)

Kata kunci : tandan kosong kelapa sawit (TKKS), karbon aktif, adsorben

Rame, Agus Purwanto, Agung Budiarto (Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, Semarang)

Pengolahan air limbah tekstil berbasis ozonisasi katalitik dengan katalis besi(III) oksida (Fe_2O_3) dan aluminium oksida (Al_2O_3) menggunakan difuser mikro

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 65-74, 4 ill, 4 tab, 35 ref

Proses oksidasi lanjut (AOP) merupakan teknologi pengolahan air limbah industri tekstil yang sangat potensial. Kelemahan teknologi ini adalah pemakaian H_2O_2 yang berimplikasi pada biaya operasional dan peningkatan kadar keasaman. Teknologi ozonisasi katalitik terintegrasi katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 dengan difuser mikro adalah alternatif solusi yang murah dan efisien. Ozonisasi katalitik dilakukan dengan variasi dosis katalis 500 g, 1000 g, 1500 g dan flow ozon 1, 2, 3, 4 L/menit dengan volume air limbah 20 L. Optimalisasi proses ozonisasi katalitik dilakukan melalui variasi waktu kontak. Kinerja fungsi katalis diukur berdasarkan umur pemakaian. Indikator kinerja reaktor diukur dengan parameter warna, suhu, TSS, COD dan BOD₅. Kondisi ozonisasi katalitik terbaik dicapai pada dosis katalis 1000 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 , waktu ozonisasi katalitik 20 menit dengan flow ozon 2 L/menit.

(Author)

Kata kunci : ozonasi katalitik, Fe_2O_3 , Al_2O_3 , diffuser mikro

Adid Adep Dwiartomo^{1,2}, Nino Rinaldi² (University of Science and Technology, Yusong-gu, Daejeon, ²Pusat Penelitian Kimia, LIPI, Serpong)

Preparasi dan karakterisasi katalis asam padat berbasis niobia untuk produksi senyawa glukosa

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 75-80, 2 ill, 1 tab, 13 ref

Katalis asam padat berbasis niobia telah dibuat dan diuji coba untuk reaksi hidrolisis selobiosa membentuk senyawa glukosa. Untuk meningkatkan aktivitasnya, permukaan katalis dimodifikasi dengan menggunakan asam fosfat. Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS), *X-ray diffraction* (XRD), dan *ammonia-temperature programmed desorption* (NTI, TPD). Modifikasi pada permukaan katalis telah meningkatkan selektivitas katalis untuk membentuk glukosa dari

reaksi hidrolisis selobiosa. Berdasarkan karakterisasi yang dilakukan, telah dipercaya bahwa kontribusi utama yang menyebabkan peningkatan selektivitas katalis adalah terbentuknya spesies dihidrogen fosfat pada permukaan katalis yang telah dimodifikasi, yang merupakan bentukan hasil reaksi antara asam fosfat dan niobic acid. Studi ini menunjukkan bahwa modifikasi permukaan katalis niobic acid mendorong terbentuknya produk penting dari selobiosa, yang nantinya dapat dipergunakan juga untuk selulosa dari biomassa.

(Author)

Kata kunci : niobia, katalis, hidrolisis glukosa, selobiosa

Adhi Setiawan¹, Hanoni², Agung Nugroho³ (Program Studi Teknik Pengolahan Limbah, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, ²Program Studi Teknik Keselamatan dan Kesehatan Kerja, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya)

Analisis penggunaan quicklime sebagai adsorben uap asam pada *sump pit water treatment plant PLTGU*

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 82-92, 10 ill, 1 tab, 31 ref

Uap asam merupakan salah satu polutan udara yang berbahaya bagi kesehatan dan berpotensi menimbulkan korosi pada peralatan. Pemanfaatan quicklime sebagai adsorben menjadi alternatif yang murah dan cukup efektif dalam menurunkan emisi uap HCl di udara. Permasalahan korosi seringkali terjadi pada peralatan di sekitar area WTP akibat adanya kandungan HCl pada residu reaksi regenerasi yang dibuang ke dalam *sump pit*. HCl memiliki sifat yang mudah menguap dan sangat korosif sehingga timbul uap asam di sekitar *sump pit* yang menginisiasi terjadinya korosi pada peralatan di area WTP. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi tertinggi dengan menggunakan quicklime kadar CaO masing-masing 22% dan 52%. Ukuran partikel quicklime yang digunakan yaitu sebesar 100 mesh dan 200 mesh. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa CaClOH terbentuk akibat adsorpsi HCl oleh quicklime. Produk tersebut terbentuk akibat reaksi CaO dan Ca(OH)_2 dengan uap HCl. Peningkatan kemurnian quicklime disertai dengan penurunan ukuran partikel mengarah pada meningkatnya kapasitas adsorpsi uap HCl. Hasil analisis dengan metode TGA (*Thermal Gravimetry Analysis*) menunjukkan bahwa quicklime dengan kadar CaO 52% dan ukuran 200 mesh memiliki kapasitas adsorpsi yang tertinggi dibandingkan sampel quicklime yang lain yaitu sebesar 0,121 mg HCl/mg adsorben.

(Author)

Kata kunci : adsorpsi, quicklime, HCl, TGA

Nilawati, Marihati, Rizal Awaludin Malik (Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, Semarang)

Kemampuan isolat bakteri *Halococcus* spp dalam meningkatkan kemurnian garam NaCl pada proses kristalisasi

Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, November 2017, Vol. 8, No. 2, p. 93-104, 6 ill, 2 tab, 41 ref

Selama ini garam rakyat yang diproduksi secara tradisional menghasilkan kemurnian NaCl yang masih rendah yaitu 84-90 %. Telah ada penelitian untuk meningkatkan kemurnian NaCl dengan menggunakan konsorsium bakteri halofilik berwarna merah dengan genus *Haloferax spp*, namun belum diketahui secara pasti mengenai peran dan kemampuan bakteri ini dalam proses kristalisasi garam. Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan bakteri *Haloferax spp* dalam proses kristalisasi garam dan kualitas garam NaCl yang dihasilkan, sehingga bisa dihasilkan garam dengan kemurnian NaCl tinggi. Penelitian ini terbagi atas dua tahap yaitu penentuan jumlah starter untuk kristalisasi dan percobaan kristalisasi. Parameter yang diukur adalah absorbansi (OD 600), kemurnian NaCl hasil kristalisasi, konsentrasi larutan garam (%Bc), kekeruhan, warna kristal, dan pengamatan mikroskopis. Variabel yang digunakan pada penelitian pertama adalah komposisi inokulum yang akan digunakan sebagai starter, dan variabel pada penelitian kedua merupakan variabel pembanding yaitu air garam tua dengan penambahan konsorsium halofilik, penambahan nutrisi LB (*Luria berthani*) dan kontrol berupa air garam tua. Hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi terbaik untuk proses kristalisasi adalah konsentrasi isolat 10% dan penambahan pada proses kristalisasi sebanyak 1%. Pada penelitian kedua kenaikan konsentrasi larutan garam tercepat 7 hari diperoleh pada perlakuan *Haloferax spp* dan kontrol+LB, kekeruhan tertinggi didapatkan oleh perlakuan konsorsium halofilik, dan kekompakan kristal garam yang terbaik dihasilkan oleh perlakuan *Haloferax spp*. NaCl yang dihasilkan dari penambahan bakteri *Haloferax spp* memiliki nilai tertinggi yaitu 94,64%, sementara perlakuan dengan konsorsium bakteri halofilik sebesar 92,84%, kontrol dengan penambahan nutrisi LB 92,51% dan kontrol 91,0%.

(Author)

Kata kunci : *Haloferax spp*, Halophilic, garam NaCl, ramah lingkungan



Analisis penggunaan quicklime sebagai adsorben uap asam pada *sump pit water treatment plant* PLTGU

Analysis application of quicklime as vapour acid adsorbent in the sump pit water treatment plant PLTGU

Adhi Setiawan^{1*}, Hanon², Agung Nugroho³

¹Program Studi Teknik Pengolahan Limbah, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya

^{2,3}Program Studi Teknik Keselamatan dan Kesehatan Kerja, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya

INFO ARTIKEL

Sejarah Artikel :

Diterima 12 September 2017

Direvisi 20 Oktober 2017

Disetujui 20 Oktober 2017

Dipublikasikan online

21 November 2017

Keywords :

Adsorption

Quicklime

HCl

TGA

ABSTRAK

Uap asam merupakan salah satu polutan udara yang berbahaya bagi kesehatan dan berpotensi menimbulkan korosi pada peralatan. Pemanfaatan quicklime sebagai adsorben menjadi alternatif yang murah dan cukup efektif dalam menurunkan emisi uap HCl di udara. Permasalahan korosi seringkali terjadi pada peralatan di sekitar area WTP akibat adanya kandungan HCl pada residu reaksi regenerasi yang dibuang ke dalam *sump pit*. HCl memiliki sifat yang mudah menguap dan sangat korosif sehingga timbul uap asam di sekitar *sump pit* yang menginisiasi terjadinya korosi pada peralatan di area WTP. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi tertinggi dengan menggunakan *quicklime* kadar CaO masing-masing 22% dan 52%. Ukuran partikel *quicklime* yang digunakan yaitu sebesar 100 mesh dan 200 mesh. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa CaClOH terbentuk akibat adsorpsi HCl oleh *quicklime*. Produk tersebut terbentuk akibat reaksi CaO dan Ca(OH)₂ dengan uap HCl. Peningkatan kemurnian *quicklime* disertai dengan penurunan ukuran partikel mengarah pada meningkatnya kapasitas adsorpsi uap HCl. Hasil analisis dengan metode TGA (*Thermal Gravimetry Analysis*) menunjukkan bahwa *quicklime* dengan kadar CaO 52% dan ukuran 200 mesh memiliki kapasitas adsorpsi yang tertinggi dibandingkan sampel *quicklime* yang lain yaitu sebesar 0,121 mg HCl/mg adsorben.

ABSTRACT

Acid vapor is one of the air pollutants which potentially harmful to human health and corrosion problem to the instrumentation. The use of quicklime as the adsorbent become an affordable and effective alternative in reducing HCl vapour emissions in the air. Corrosion problems often occur in equipment around WTP area due to HCl content in regeneration reaction residue disposed in the sump pit. Volatility and highly corrosive properties in HCL generate acid vapor around the pit sump, trigger corrosion of equipment in the WTP area. The purpose of this study is to determine the highest adsorption capacity using quicklime, with CaO purity about 22% and 52% respectively. The particle size of quicklime was 100 mesh and 200 mesh respectively. The XRD analysis indicated the formation of CaClOH because of HCl adsorption by quicklime. These products were formed as a result of reactions between CaO and Ca(OH)₂ with a vapor of HCl. Increasing the purity of quicklime accompanied by lowering the size particles increase the capacity of HCl vapour adsorption. TGA (*Thermal Gravimetry Analysis*) showed that quicklime with CaO purity 52 % and size of 200 mesh had the highest adsorption capacity compared to other quicklime samples, which was about 0.121 mg HCl/mg adsorbent.

*Alamat korespondensi :

E-mail : adhistu23@gmail.com (A. Setiawan)

Telp. +6285733892992

doi : <https://10.21771/jrtppi.2017.v8.no.2.p81-91>

2503-5010/2087-0965© 2017 Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri-BBTPPI (JRTPPPI-BBTPPI).

This is an open access article under the CC BY-NC-SA license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>).

Accreditation number : (LIPI) 756/Akred/P2MI-LIPI/08/2016

1. PENDAHULUAN

Sumber energi terbarui (sinar matahari, angin, hujan, biomassa, pasang surut, ombak, dan panas bumi) merupakan sumber energi yang pertumbuhannya paling cepat di bumi serta memiliki laju pertumbuhan sebesar 2,6% per tahun. Penggunaan dari bahan bakar yang dapat diperbarui (biomassa dan *biofuel*) diperkirakan meningkat dengan lebih cepat yakni sebesar 6,6% per tahun (Ren dkk., 2017). Salah satu penggunaan dari biomassa terbarui adalah sebagai bahan bakar pembangkit tenaga listrik yang dikombinasikan dengan batu bara dengan mekanisme *co-fired* (Sondreal dkk., 2001; Baxter, 2005). Namun penggunaan dari biomassa tersebut memiliki kelemahan antara lain kandungan air yang relatif tinggi, kandungan kalori yang rendah, efisiensi pembakaran yang rendah, sulit dihancurkan, serta biaya transportasi yang relatif tinggi per satuan unit energi (Batidzirai dkk., 2013). Selain itu, pembakaran biomassa pada boiler dapat berpotensi menyebabkan terbentuknya endapan (*slagging* dan *fouling*), dan korosi. Kemungkinan korosi sangat tergantung pada kandungan klorin dalam bahan bakar, meskipun klorin menyumbang sebagian kecil dari komposisi kimia di hampir semua bahan bakar padat termasuk batubara dan biomassa terbarui. Klorin dapat menyebabkan terbentuknya dioksin poliklorinasi dan furan yang berbahaya bagi kesehatan manusia (Tillman dkk., 2009). Komponen klorin (seperti dioksin, PCDD dan PCDF) telah terdeteksi di dalam *fly ash* hasil insenerasi biomassa tanaman (Tan dkk 2013). Moyeda dkk (1990) melaporkan bahwa klorobenzena dan klorofenol dapat mensintesis dioksin di dalam *fly ash* melalui mekanisme prekursor pada suhu 225°C-400°C.

Teknologi IDS (*injection dry sorbent*) yang selama ini telah diaplikasikan pada desulfurisasi gas buang yang dihasilkan pada pembakaran batu bara juga digunakan pada proses insenerasi limbah untuk mengurangi kandungan polutan seperti asam hidrogen klorida (HCl). Dalam proses pembakaran tersebut dihasilkan sejumlah uap air yang terkandung di dalam aliran gas buang. Bahkan dengan adanya uap air tersebut dapat meningkatkan efisiensi

removal dari gas yang bersifat asam (Soud, 1994). Gas buang yang berasal dari pembakaran bahan bakar yang berasal dari bahan bakar biomassa dan biofuel seringkali mengandung hidrogen klorida (HCl). HCl yang dihasilkan tidak hanya berperan sebagai polutan udara tetapi juga bereaksi terhadap senyawa seperti alkali klorida serta berkontribusi menimbulkan korosi pada peralatan. Pada umumnya hampir semua negara membuat undang-undang yang ketat tentang emisi HCl yang dihasilkan oleh pembakaran bahan limbah. Oleh karena itu diperlukan metode yang efektif untuk mengurangi emisi gas tersebut karena sifatnya yang korosif dan reaktif (Partanen dkk., 2005).

Proses removal gas asam seperti HCl, CO₂ dan SO₂ di dalam emisi gas dapat dilakukan dengan metode *wet*, *semidry*, dan *dry*. Meskipun *wet scrubbing* telah terbukti lebih efisien pada pemurnian gas asam namun memiliki kelemahan antara lain biaya operasi yang relatif mahal serta menghasilkan air limbah yang dapat mencemari lingkungan (Wey dkk., 2008). Proses *semidry scrubbing* menyebabkan korosi pada peralatan serta *blocking nozzle*. Dry scrubbing saat ini lebih luas diaplikasikan dalam memisahkan gas asam karena relatif lebih sederhana dan efisien (Hsu dan Hsiau, 2011; Jiang dkk., 2005; Chibante dkk., 2009). Peralatan yang digunakan dalam *dry scrubbing* tersebut berupa reaktor *fixed bed*, *fluidized bed*, *moving bed* dan filter keramik.

Proses penyerapan dari gas asam (HCl, SO₂, dan CO₂) dapat dilakukan dengan menggunakan material alam atau sintetis yang telah terbukti menjadi pilihan yang efektif baik pada suhu rendah maupun pada suhu yang tinggi. Oleh karena itu, adsorben dengan karakteristik kapasitas adsorpsi yang tinggi, ketahanan dalam jangka waktu lama, kinetika adsorpsi/desorpsi yang cepat, murah, serta sifat mekanik yang baik diperlukan dalam merancang sistem penyerapan gas asam (Huang dkk., 2010). Salah satu material yang efektif dalam menyerap gas asam di dalam gas buang yaitu material berbasis kalsium (Ca). Penggunaan material berbasis kalsium seperti CaO banyak diaplikasikan sebagai adsorben gas asam seperti CO₂ dan SO₂ karena harganya relatif murah, melimpah sebagai mineral alam,

kapasitas adsorpsi yang tinggi serta dapat digunakan pada suhu tinggi (Alvarez dan Abanades, 2005).

Pada penelitian sebelumnya Huang dkk (2010) mengembangkan studi adsorpsi gas CO_2 dengan menggunakan modifikasi CaO/SBA mesoporus yang memiliki luas permukaan dan volume pori yang besar. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa rasio adsorpsi yang tersisa sebesar 80% setelah 40 siklus pemakaian pada suhu karbonasi 700°C dan kalsinasi Suhu 910°C . Li dkk (2015) menggunakan limbah padat kalsium karbida (CaC_2) sebagai adsorben untuk mengikat campuran gas CO_2 dan HCl pada dengan pengulangan pada siklus adsorpsi/desorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa adanya gas HCl dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi CO_2 pada CaC_2 pada beberapa siklus pertama. Adsorpsi HCl oleh CaO pada temperatur $600\text{--}800^\circ\text{C}$ di dalam reaktor *fixed bed* mencapai maksimum pada temperatur 650°C (Chyang dkk., 2009). Han dkk (2017) melaporkan bahwa penambahan beberapa garam anorganik seperti Li^+ , Na^+ , dan K^+ dapat memperbaiki proses sulfasi. Garam natrium diketahui dapat meningkatkan penyerapan gas SO_2 oleh *limestone* selama beberapa tahun. Shearer dkk (1979) mempelajari interaksi NaCl *limestone* pada proses sulfasi dan kalsinasi. Penambahan 2% NaCl pada *limestone* dapat mengarah pada laju konversi yang tinggi serta derajat konversi yang tinggi menjadi CaSO_4 . Roesch dkk (2005) mensintesis adsorbent CaO yang didoping dengan logam alkali untuk meningkatkan kebasan permukaan adsorben. Hasil penelitian menunjukkan bahwa terjadi peningkatan yang signifikan dalam penyerapan CO_2 dibandingkan dengan CaO yang didoping dengan Cs . Salvador dkk. (2003) melakukan reaktivasi batu kapur dengan impregnasi menggunakan NaCl 0,5 wt%. Konversi sampel CaO yang didoping NaCl lebih tinggi daripada CaO murni setelah beberapa siklus. Aihara dkk (2001) mensintesis CaO berbasis inert CaTiO_3 pada perbandingan molar yang sama dengan metode alkoksida atau pencampuran secara fisik CaTiO_3 dengan CaCO_3 yang menghasilkan peningkatan konversi terhadap penyerapan gas CO_2 .

Hasil studi sebelumnya menunjukkan bahwa adsorpsi oleh material berbasis kalsium pada umumnya

lebih banyak dipelajari pada gas SO_2 dan CO_2 . Oleh karena itu, studi tentang proses adsorpsi gas HCl oleh material berbasis kalsium perlu dikembangkan lebih mendalam. Bahkan mekanisme dan produk reaksi pada proses adsorpsi gas HCl oleh *quicklime* belum dijelaskan secara detail pada penelitian sebelumnya. Pada penelitian ini difokuskan untuk mempelajari pengaruh kemurnian dan ukuran *quicklime* terhadap kapasitas adsorpsi *quicklime* terhadap uap HCl . Penggunaan *quicklime* sebagai adsorben memiliki kelebihan antara lain harganya murah dan melimpah sehingga mudah diperoleh di pasaran.

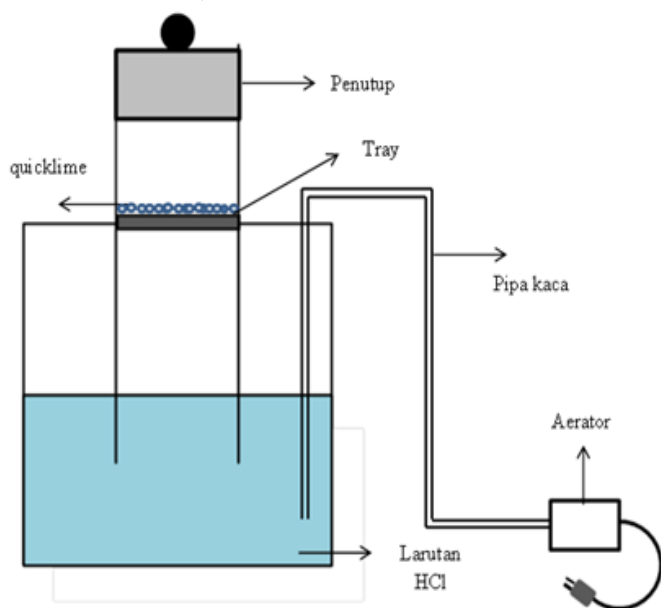
Studi kasus dalam penelitian ini digunakan limbah asam hasil regenerasi resin kation dari PLTGU PT. X. Dari hasil analisis dan pengamatan pegawai setempat, penyebab terjadinya korosi pada area ini adalah adanya kandungan HCl hasil residu reaksi saat regenerasi dalam *sump pit*. HCl memiliki sifat yang mudah menguap dan sangat korosif sehingga timbul uap asam di sekitar *sump pit* yang menginisiasi terjadinya korosi pada peralatan-peralatan sekitar area *Water Treatment Plant* (WTP). Walaupun telah dilakukan pengecatan rutin, namun berdasarkan data kerusakan selama 3 tahun terakhir dapat diketahui bahwa korosi masih sering terjadi. Korosi yang terjadi pada peralatan di area *Water Treatment Plant* (WTP) PLTGU PT. X berpotensi menimbulkan kerugian bagi perusahaan karena kerusakan peralatan seperti pompa, *valve*, pipa, serta *flanges* pada area sekitar yang dapat menyebabkan kebocoran dan membahayakan pekerja di area *Water Treatment Plant* (WTP). Oleh karena itu, dengan mengetahui pengaruh parameter kemurnian dan ukuran partikel *quicklime* terhadap kapasitas adsorpsi uap HCl diharapkan dapat menjadi solusi alternatif bagi perusahaan untuk menurunkan tingkat emisi uap HCl yang berbahaya bagi kesehatan dan meminimalkan efek korosi yang terjadi pada peralatan.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah *quicklime* yang diperoleh dari UD Sumber Ilmiah

Persada dengan kadar CaO pada kemasan sebesar 22% wt (sampel A) dan 52% wt (sampel B). *Quicklime* tersebut dihaluskan hingga diperoleh ukuran masing-masing 100 mesh dan 200 mesh. Setelah proses tersebut selesai, proses selanjutnya dilakukan pengeringan *quicklime* pada suhu 60°C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan airnya. *Quicklime* yang telah dihaluskan dan dikeringkan selanjutnya dibagi menjadi empat sampel dengan kode sebagai berikut: sampel A1 (*quicklime* 22% ukuran 100 mesh), A2 (*quicklime* 22% ukuran 200 mesh), B1 (*quicklime* 52% ukuran 100 mesh), dan B2 (*quicklime* 52% ukuran 200 mesh).



Gambar 1. Peralatan uji adsorpsi *quicklime*

Sebanyak 10 gr dari masing-masing sampel tersebut dimasukkan ke dalam alat uji adsorpsi sebagaimana pada gambar 1. Alat uji adsorpsi berisi larutan HCl yang berasal dari regenerasi resin kation yang menggunakan larutan HCl 32%. Limbah hasil pencucian tersebut selanjutnya akan ditampung sementara di dalam *sump pit* sebelum dialirkan ke *waste water treatment plant*. Volume air limbah yang digunakan sebagai pengujian adsorpsi sebanyak 1,87 L. Uap HCl yang terbentuk di dalam pengujian adsorpsi selanjutnya dikontakkan dengan *quicklime* yang tertahan pada permukaan *tray* hingga diperoleh berat yang konstan. Proses pengujian tersebut dilakukan pada temperatur *ambient*.

2.2 Analisis Sampel

Komposisi dan kristalinitas dari *quicklime* dianalisa dengan menggunakan metode XRD (X-ray Diffraction) X'Pert RINT 2200 V Philip CuK α ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$). Analisis XRD dilakukan interval 5°-70° dengan lebar step 0,01° dan laju scan 0,5 s/step. Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi awal dan fase yang terbentuk setelah dikontakkan dengan uap asam HCl.

Untuk mengetahui kapasitas adsorpsi *quicklime* maka dilakukan analisa TGA (DTG-60H, Shimadzu) pada *quicklime* yang telah dikontakkan dengan uap asam. Pada prinsipnya analisis TGA (*Thermal gravimetry analysis*) dapat mencatat perubahan massa selama proses pemanasan sehingga dapat diketahui temperatur dekomposisi material tersebut. Laju pemanasan pada analisis TGA tersebut sebesar 10°C/menit dengan massa *quicklime* sebanyak 5 mg. Analisis TGA dilakukan pada interval temperatur 25-800°C dengan atmosfer nitrogen pada laju alir 50 ml/min serta menggunakan pan alumina sebagai tempat sampelnya.

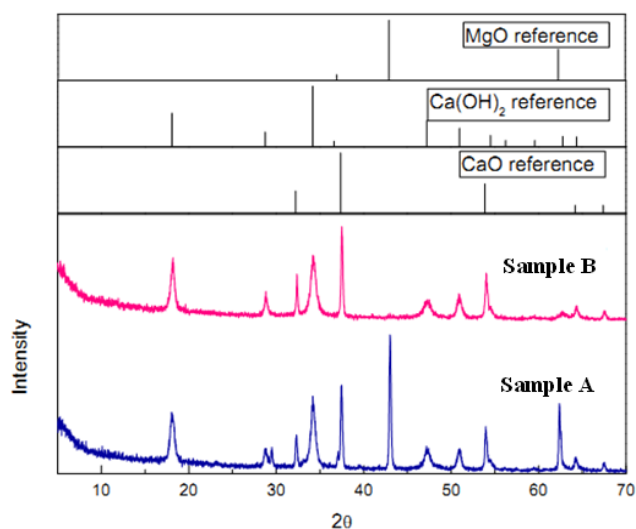
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 menunjukkan hasil XRD dari sampel *quicklime* A (kadar CaO 22%) dan B (kadar CaO 52%) sebelum adsorpsi. Hasil XRD menunjukkan bahwa sampel *quicklime* terdiri dari fasa CaO, Ca(OH) $_2$, dan MgO. Hasil analisis XRD Sample A merupakan *quicklime* yang mengandung CaO, Ca(OH) $_2$, dan MgO dengan kadar masing-masing 21,7%, 20,7%, dan 57,6% sedangkan sampel B mengandung CaO, Ca(OH) $_2$, dan MgO dengan kadar masing-masing 52,2%, 42,2%, dan 5,5%.

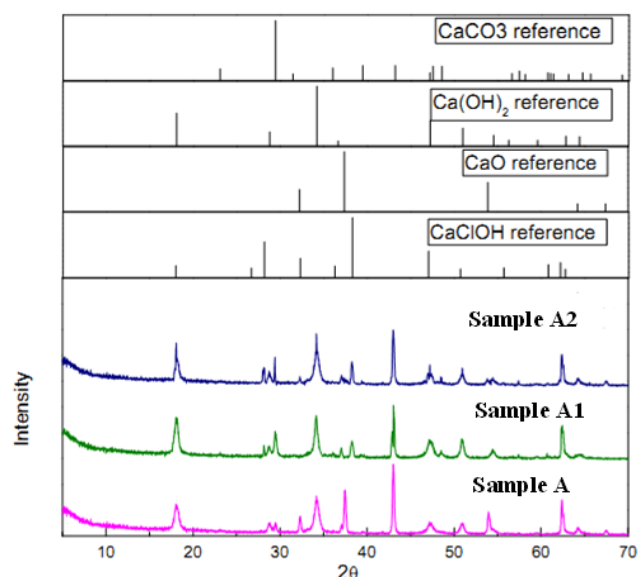
Gambar 3 menunjukkan perbandingan XRD dari sampel *quicklime* A baik sebelum dan setelah adsorpsi. Dapat dilihat perbedaan antara fasa *quicklime* sebelum adsorpsi, yang ditunjukkan oleh sampel A, A1 dan A2. Perbedaan yang tampak antara ketiga sampel tersebut adalah hilangnya fasa CaO yang ditandai dengan menurunnya intensitas *peak* dan adanya peningkatan intensitas *peak* fasa Ca(OH) $_2$ baik untuk sampel A1

maupun A2. Pembentukan dari fasa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ disebabkan adanya reaksi antara uap air di udara dengan CaO .

Hasil XRD pada sampel A1 dan A2 terdeteksi munculnya *peak* senyawa kalsium hidroksiklorida (CaClOH) akibat reaksi kimia yang terjadi antara uap HCl dengan CaO yang terkandung di dalam *quicklime* dengan mekanisme reaksi sebagai berikut (Li dkk., 2054 dan Galan dkk 2015):

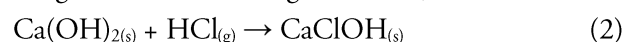


Gambar 2. XRD sampel *quicklime* sebelum adsorpsi

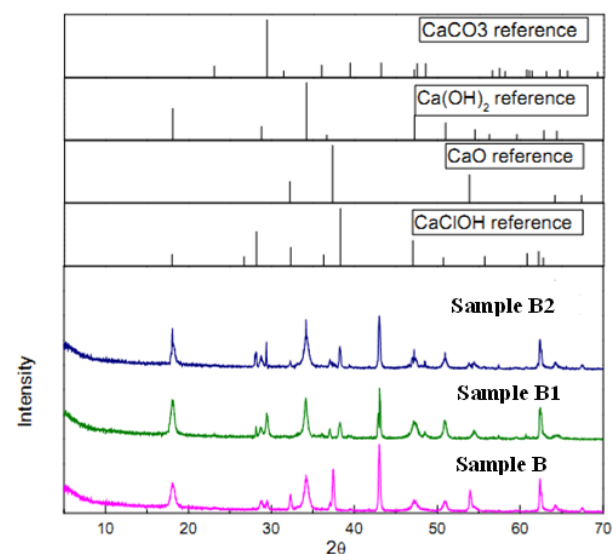


Gambar 3. XRD sampel *quicklime* sebelum adsorpsi (A) dan setelah adsorpsi (A1 dan A2)

Produk reaksi CaClOH merupakan produk pertama yang terbentuk ketika uap HCl teradsorpsi oleh CaO . Bentuk senyawa hidroksi tersebut dapat terbentuk melalui hidrasi senyawa oksida dengan pengaruh kelembapan udara di sekitarnya (Partanen dkk., 2005). Produk CaClOH yang terbentuk berupa lapisan tipis yang terdeposit pada permukaan CaO sehingga dapat memberikan hambatan pada difusi uap HCl melalui pori akibat terbentuknya lapisan produk. Selain itu, produk CaClOH yang terdeteksi dapat disebabkan oleh adsorpsi uap HCl oleh $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang terkandung di dalam sampel dengan mekanisme sebagai berikut (Gullet dkk., 1992):

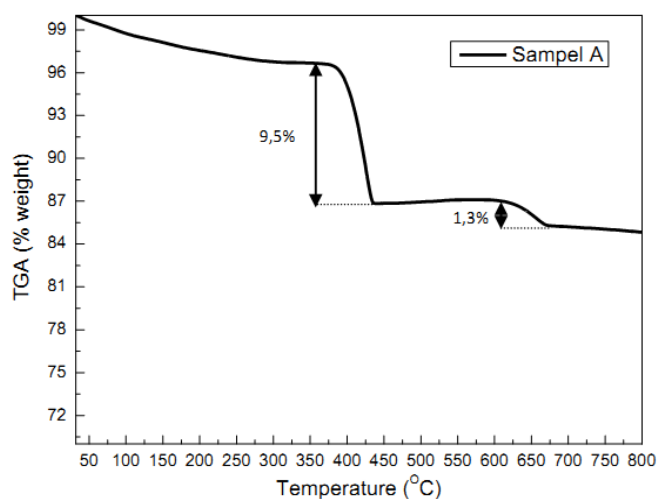


Gambar 4 menunjukkan perubahan fasa yang terjadi tampak lebih signifikan dibanding sampel A. Hal ini dikarenakan kemurnian *quicklime* dari sampel B lebih tinggi daripada sampel A sehingga kemampuan adsorpsi juga meningkat. Perubahan-perubahan fasa yang tampak antara lain hilangnya fasa CaO karena telah bereaksi dengan uap asam yang dihasilkan. Berkurangnya intensitas $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pada Sampel B1 dan Sampel B2 karena reaksinya dengan HCl serta munculnya fasa baru yang teridentifikasi sebagai CaClOH dan CaCO_3 . Produk CaCO_3 terbentuk akibat adanya reaksi antara $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan CO_2 yang ada di udara.



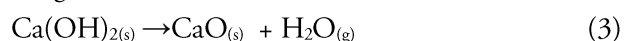
Gambar 4. XRD sampel *quicklime* sebelum adsorpsi (B) dan setelah adsorpsi (B1 dan B2)

Hasil uji TGA sebelum adsorpsi dapat dilihat pada gambar 5 dan gambar 6. Pada sampel A, penurunan massa yang signifikan untuk pertama kalinya terjadi pada suhu 372,5°C–433°C dimana massa yang hilang adalah sebanyak 9,5% yang menunjukkan dekomposisi Ca(OH)_2 .

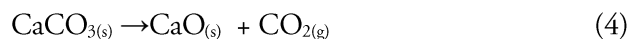


Gambar 5. Hasil TGA sampel A sebelum adsorpsi

Menurut Chen dkk (1993) dan Mikhail dkk (1996) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa dekomposisi Ca(OH)_2 terjadi pada suhu 300°-500°C dengan reaksi berikut:



Selanjutnya, penurunan massa yang kedua terjadi pada suhu 600°C–660°C dengan massa yang hilang adalah sebanyak 1,3%. Pada suhu ini terjadi pelepasan CO_2 dengan reaksi berikut (Moropoulou dkk., 2001):

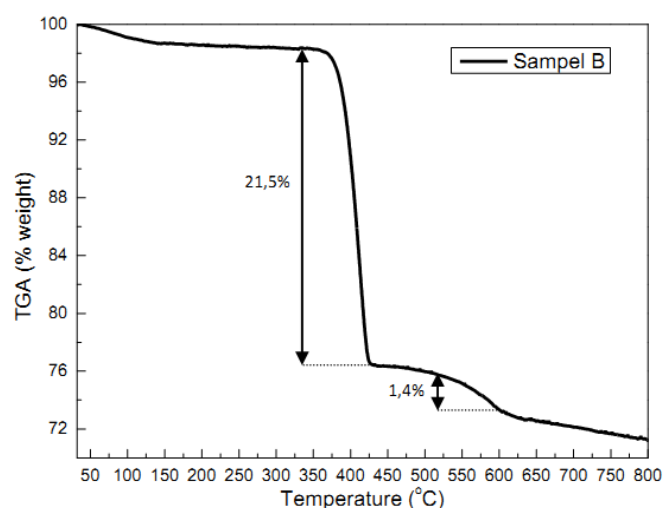


Pembentukan CaCO_3 ini disebabkan adanya reaksi antara Ca(OH)_2 yang terkandung di dalam *quicklime* dengan CO_2 yang ada di udara yang mengandung kadar air. Hal tersebut didukung oleh penelitian Shih dkk (1999) yang melaporkan bahwa pada temperatur rendah Ca(OH)_2 dapat bereaksi membentuk CaCO_3 dalam atmosfer yang mengandung CO_2 dengan kondisi yang lembab. Total massa yang hilang pada sampel A adalah 15,2% dari massa awal. Pada sampel B penurunan massa yang signifikan terjadi pada suhu 369°C–427°C dengan 21,5% massa hilang

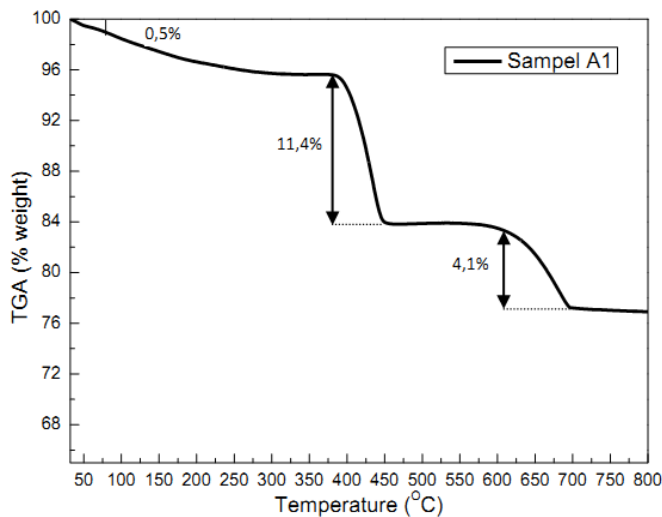
akibat dekomposisi Ca(OH)_2 menghasilkan CaO dan CO_2 dengan reaksi dekomposisi yang dijelaskan sebelumnya. Selanjutnya juga terjadi penurunan massa sebesar 1,4% pada suhu 566°C-600°C akibat dekomposisi CaCO_3 sehingga melepaskan CO_2 sesuai persamaan 4. Total massa yang hilang pada sampel B adalah sebanyak 28,7% dari massa awal.

Berbeda dengan sebelum adsorpsi, sampel yang digunakan untuk uji TGA pada *quicklime* setelah adsorpsi (sampel A1, sampel A2, sampel B1, dan sampel B2) karena telah terdapat pengaruh baik dari kemurnian maupun ukuran partikel terhadap kapasitas adsorpsi. Setelah proses adsorpsi berlangsung, terdapat perubahan kurva penurunan massa yang disebabkan karena telah terjadi perubahan komposisi senyawa pada sampel akibat adanya proses adsorpsi uap asam.

Berbeda dengan sebelum adsorpsi, sampel yang digunakan untuk uji TGA pada *quicklime* setelah adsorpsi (sampel A1, sampel A2, sampel B1, dan sampel B2) karena telah terdapat pengaruh baik dari kemurnian maupun ukuran partikel terhadap kapasitas adsorpsi. Setelah proses adsorpsi berlangsung, terdapat perubahan kurva penurunan massa yang disebabkan karena telah terjadi perubahan komposisi senyawa pada sampel akibat adanya proses adsorpsi uap asam.



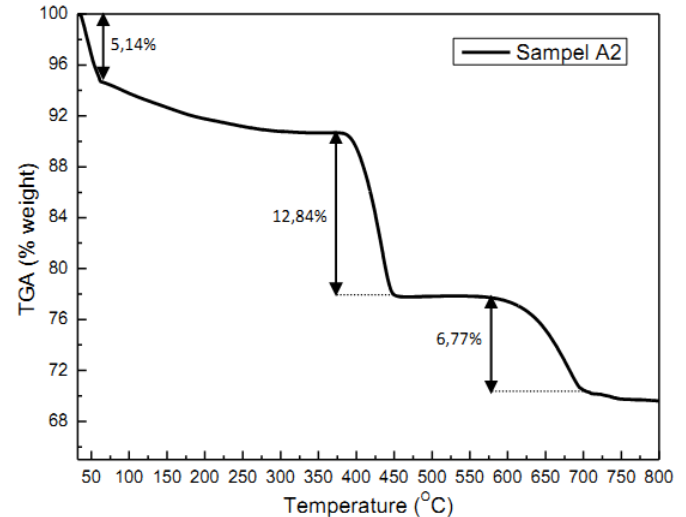
Gambar 6. Hasil TGA sampel B sebelum adsorpsi



Gambar 7. Hasil TGA sampel A1 setelah adsorpsi

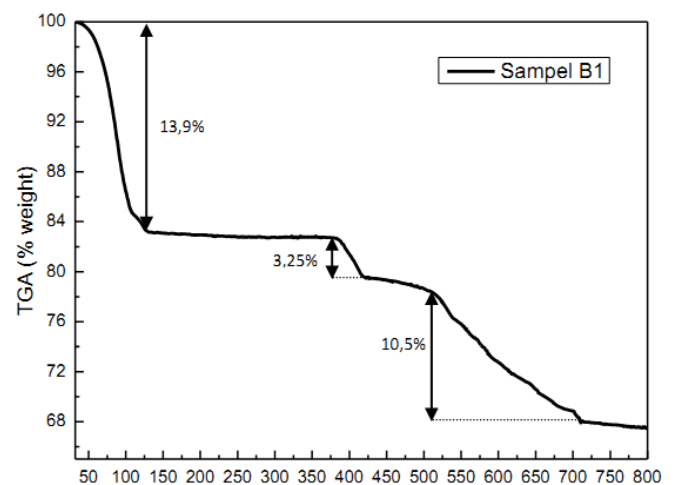
Gambar 7 menunjukkan hasil uji TGA sampel A1. Pada sampel A1 terjadi penurunan massa pada suhu 37,5°C-60,5°C sebesar 0,5% dari massa sampel awal yang disebabkan oleh terlepasnya molekul air yang terserap oleh *quicklime*. Pemanasan pada suhu 380°C – 446°C menyebabkan penurunan massa sampel sebesar 11,4%. Penurunan massa sampel tersebut disebabkan oleh reaksi dekomposisi Ca(OH)_2 (Chen dkk., 1993) sesuai dengan persamaan 3 serta pada suhu 629,2°C-682°C dengan 4,1% massa yang hilang akibat proses dekomposisi molekul CaClOH sesuai dengan persamaan 5. Total massa yang hilang akibat pemanasan hingga suhu 800 °C pada sampel A1 sekitar 23%. Gambar 8 menunjukkan hasil uji TGA sampel A2. Pada sampel A2 penurunan massa yang mengacu pada terlepasnya molekul air terjadi pada suhu 37°C-63°C dengan 5,14% dari massa awal. Sedangkan pada suhu 380°C-450°C dengan penurunan massa sebesar 12,84% akibat proses dekomposisi Ca(OH)_2 . Selanjutnya penurunan massa 587°C-690°C dengan 6,77% massa yang hilang. Penurunan massa ini diidentifikasi sebagai dekomposisi CaClOH .

Menurut Galan dkk (2015) bahwa dekomposisi CaClOH terjadi pada suhu di atas 580°C dengan persamaan reaksi sebagai berikut:



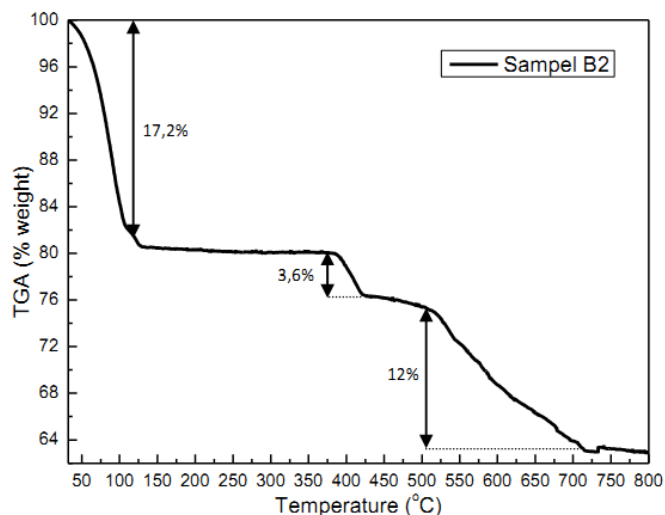
Gambar 8. Hasil TGA sampel A1 setelah adsorpsi

Gambar 9 menunjukkan hasil uji TGA sampel B1 yang telah mengalami adsorpsi uap HCl. Pada gambar tersebut menunjukkan bahwa penurunan massa terjadi pada suhu 38°C-102°C dengan 13,9% dari massa awal sampel. Hal ini disebabkan terlepasnya molekul air. Kemudian penurunan massa antara suhu 379°C-420°C sebanyak 3,25% mengacu pada dekomposisi Ca(OH)_2 . Selanjutnya penurunan massa juga terjadi pada suhu 525°C-710°C dengan kehilangan massa sebanyak 10,5% yang teridentifikasi sebagai dekomposisi CaClOH sesuai persamaan 5. Total massa yang hilang pada sampel B1 sebesar 32,6%.



Gambar 9. Hasil TGA sampel B1 setelah adsorpsi

Gambar 10 menunjukkan hasil uji TGA sampel B2. dekomposisi Ca(OH)_2 pada suhu 387°C - 425°C dengan 3,6% massa yang hilang. Dekomposisi CaClOH pada Sampel B2 terjadi pada suhu 517°C - 723°C dengan 12% massa yang hilang. Total penurunan massa pada Sampel B1 adalah 37%.



Gambar 10. Hasil TGA sampel B2 setelah adsorpsi

Tabel 1 menunjukkan data kapasitas adsorpsi dari *quicklime* pada variasi ukuran dan kemurnian sampel. Dengan kemurnian yang sama, yaitu 22%, sampel A2 memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar dibanding sampel A1. Sedangkan pada kemurnian 52%, sampel B2 memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar dibanding sampel B1.

Hal tersebut disebabkan karena ukuran partikel pada sampel A2 dan B2 lebih kecil dibanding sampel A1 dan B1. Peristiwa tersebut menunjukkan bahwa ukuran partikel berbanding terbalik dengan kapasitas adsorpsi dimana semakin kecil ukuran partikel maka kapasitas adsorpsi akan meningkat karena luas permukaan partikel juga meningkat sehingga area adsorpsi lebih besar. Hasil yang sama juga diperoleh oleh Wang dkk (1996) serta Chyang dkk (2009) yang melaporkan bahwa semakin kecil ukuran adsorben CaO maka akan diperoleh kapasitas adsorpsi yang tinggi hal ini disebabkan reaktivitas adsorben yang meningkat jika ukuran partikel diperkecil. Namun dalam penelitian tersebut kapasitas adsorpsi akan menurun

seiring menurunnya ukuran partikel jika temperatur mencapai 850°C .

Hasil penelitian tentang adsorpsi gas HCl menggunakan adsorben berbasis CaO dilaporkan oleh beberapa peneliti sebelumnya antara lain Li dkk (2015), Tan dkk (2014), serta Partanen dkk (2005) sebagaimana disajikan pada tabel 1. Li dkk (2015) meneliti tentang adsorpsi gas CO_2/HCl menggunakan terak karbida (kadar CaO 71,09%) melalui siklus adsorpsi/desorpsi berulang. HCl yang teradsorpsi mencapai maksimum pada temperatur adsorpsi 700°C , temperatur desorpsi 850°C , ukuran partikel $0,125\ \mu\text{m}$, dan siklus kesepuluh yaitu sebesar $0,261\ \text{mg HCl/mg adsorben}$. Tan dkk (2014) melaporkan adsorpsi gas HCl oleh *lime* mencapai maksimum terjadi pada suhu 600°C dengan perbandingan mol Ca/mol Cl sebesar 2,5 di dalam reaktor *dual-layer granular bed filter* yaitu sebesar $0,456\ \text{mg HCl/mg adsorben}$. Partanen dkk (2005) melaporkan bahwa adsorpsi HCl oleh Gotland *limestone* (kadar CaO 54,4%) maksimum mencapai $0,586\ \text{mg HCl/mg adsorben}$ pada kondisi 850°C pada campuran gas yang mengandung 5% oksigen pada N_2 . Apabila dibandingkan dengan peneliti sebelumnya hasil adsorpsi lebih kecil hal ini disebabkan karena proses adsorpsi dilakukan pada kisaran temperatur ruangan sehingga masih terlalu rendah bila dibandingkan dengan kondisi optimum proses adsorpsi HCl yang berada pada interval suhu 600°C hingga 700°C .

Tabel 1. Kapasitas adsorpsi dari *quicklime*

Sampel	kapasitas adsorpsi mg HCl/mg adsorben
A1	0,041
A2	0,068
A3	0,105
A4	0,121
Li dkk (2015)	0,261
Tan dkk (2014)	0,456
Partanen dkk (2005)	0,586

Proses adsorpsi gas HCl oleh *quicklime* dijelaskan dengan model *grain* dengan proses yang melibatkan reaksi

antara fasa gas-padat di dalam media berpori (Fonseca dkk, 1998). Dalam model tersebut padatan adsorben yang berpori diasumsikan tersusun dari *grain* yang berukuran kecil dan tidak berpori. Masing-masing dari grain tersebut dapat bereaksi dan terkonversi sesuai dengan model inti tidak bereaksi (*unreacted core model*). Antonioini dkk (2016) melaporkan bahwa reaksi gas HCl dengan *quicklime* diawali dengan difusi gas HCl melewati lapisan batas gas (*gas boundary layer*) yang melapisi permukaan partikel adsorben. Gas asam selanjutnya masuk ke dalam partikel dan berdifusi melewati pori-pori partikel. Mekanisme difusi terjadi melalui mekanisme difusi intra-partikel (difusi molekul, Knudsen dan permukaan). Ketika molekul gas asam mencapai permukaan *grain*, perpindahan massa gas selanjutnya dikontrol oleh difusi *solid-state* melewati lapisan produk reaksi menuju lapisan inti yang belum bereaksi (*unreacted core surface*). Lapisan padatan yang belum bereaksi selanjutnya akan berkontak dengan gas asam menghasilkan produk reaksi.

Berdasarkan data pada tabel 1 menunjukkan bahwa pada ukuran 100 mesh, sampel B1 memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar dibandingkan dengan sampel A1. Pada ukuran partikel yang 200 mesh, sampel B2 memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar dibandingkan dengan sampel A2. Hal tersebut disebabkan sampel B1 memiliki kemurnian yang lebih tinggi daripada sampel A1. Demikian juga sampel B2 yang memiliki kemurnian lebih tinggi dibandingkan dengan sampel A2. Kedua hal tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi kemurnian *quicklime* maka kadar CaO yang terkandung semakin tinggi sehingga kapasitas adsorpsi semakin meningkat. Hal ini disebabkan semakin banyaknya partikel *quicklime* yang mampu menyerap uap HCl. Selain itu, kandungan MgO pada *quicklime* berperan sebagai *inert* yang dapat menurunkan konsentrasi hasil klorinasi CaO serta mempermudah uap HCl untuk berkontak dengan CaO yang tidak bereaksi di dalam partikel. Di dalam aplikasi sebagai adsorben HCl menunjukkan bahwa MgO dapat memperkuat struktur partikel dan mencegah rapuh. Hasil perbandingan dari keempat sampel hasil penelitian menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi terbesar dimiliki

oleh sampel B2. Hal tersebut disebabkan sampel B2 memiliki kemurnian *quicklime* lebih tinggi daripada sampel A1 dan sampel A2 dan ukuran partikel yang lebih kecil daripada sampel B1.

4. KESIMPULAN

Proses adsorpsi uap HCl dapat dilakukan dengan menggunakan *quicklime* yang dilakukan pada temperatur *ambient*. Hasil uji XRD pada sampel menunjukkan bahwa *quicklime* memiliki kandungan CaO dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang dapat mengadsorpsi uap HCl. Hasil analisis TGA dan XRD pada *quicklime* yang telah mengadsorpsi uap HCl terdapat senyawa CaClOH sebagai produk dari reaksi adsorpsi uap asam dengan komponen CaO dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Hasil penelitian menunjukkan bahwa meningkatkan kemurnian dan menurunkan ukuran partikel *quicklime*

mengarah pada meningkatnya kapasitas adsorpsi. Kapasitas adsorpsi terbesar dimiliki oleh sampel *quicklime* dengan kadar CaO 52% serta berukuran 200 mesh yaitu sebesar 0,121 mg HCl/mg *adsorben*. Dengan memperkecil ukuran *quicklime* dapat mengarah pada meningkatnya luas permukaan yang menyebabkan reaktivitas permukaan partikel meningkat sehingga daya adsorpsi meningkat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia PPNS yang telah mendukung penelitian ini baik dalam bentuk pinjaman fasilitas maupun peralatan sehingga penelitian ini dapat terlaksana dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Aihara M., Nagai T., Matsushita J., Negishi Y., and Ohya H., 2001, Development of Porous Solid Reactant for Thermal-Energy Storage and Temperature Upgrade Using Carbonation/Decarbonation Reaction, J. of Applied Energy (69): 225–238.
- Alvarez D., and Abanades J.C., 2005, Determination of the Critical Product Layer Thickness in the Reaction of

- CaO with CO₂, *Industrial Engineering and Chemistry Research* (44): 5608–5615.
- Antonioni, G., Pozzo, A.D., Guglielmi, D., Tugnoli, A., and Cozzani, V., 2016, Enhanced Modelling of Heterogeneous Gas–Solid Reactions in Acid Gas Removal Dry Processes, *J. of Chemical Engineering Science* (148):140–154.
- Batidzirai B., Mignot A.P.R., Schakel W.B., Junginger H.M., and Faaij A.P.C., 2013, Biomass Torrefaction Technology: Techno-Economic Status and Future Prospects, *J. of Energy* (62):196–214.
- Baxter L., 2005, Biomass-Coal Co-Combustion: Opportunity for Affordable Renewable Energy, *J. of Fuel* (84):1295–1302.
- Chen D., Gao X., and Dollimore D., 1993, The Application of non-isothermal Methods of Kinetic Analysis to The Decomposition of Calcium Hydroxide, *Thermochimica Acta* (215): 65-82.
- Chibante V.G., Fonseca A.M, and Salcedo R.R., 2009, Comparing the Performance of Recirculating Cyclones Applied to The Dry Scrubbing of Gaseous HCl with Hydrated Lime, *J. of Industrial and Engineering Chemistry Research* (48):1029 - 1035.
- Chyang C.S., Han Y.L., and Zhong Z.C., 2009, Study of HCl Absorption by CaO at High Temperature, *J. of Energy Fuel* (23): 3948–39 53.
- Fonseca, A.M., Orfao, J.J., and Salcedo, R.L., 1998, Kinetic Modeling of the Reaction of HCl and Solid Lime at Low Temperatures, *J. of Industrial & Engineering Chemistry Research* (37): 4570–4576.
- Galan I., Perron L., and Glasser F.P., (2015), Impact of Chloride-Rich Environments on Cement Paste Mineralogy, *Cement and Concrete Research* (68):174–183.
- Gullett B.K., Jozewicz W., and Stefanski L.A., 1992, Reaction kinetics of Ca-based sorbents with HCl, *J. of Industrial and Engineering Chemistry Research* (31): 2437–2446.
- Han R., Sun F., Gao J., Wei S., and Su Y., (2017), Effect of The Presence of NaCl Vapour on Indirect Sulphation of Limestone, *J. of Fuel Processing Technology* (160): 39–46.
- Hsu C.J., and Hsiao S.S., (2011), Experimental Study of The Gas Flow Behavior in the Inlet of a Granular Bed Filter, *J. of Advanced Powder Technology* (22): 741–752.
- Huang C.H., Chang K.P., Yu C.T., Chiang P.C., and Wang C.F., 2010, Development of High-Temperature CO₂ Sorbents Made of CaO-Based Mesoporous Silica, *Chemical Engineering Journal* (161):129-135.
- Jiang X.G., Yan J.H., Li X.P., Liu B.C., Lu S.Y., Chi Y., and Cen K.F., 2005, Experimental Study of HCl Emission and Removal on Incinerating of Typical MSW Components in Fluidized Bed, In: *Proceedings of the 18th International Conference on Fluidized Bed Combustion*, Toronto, Canada, pp. 867– 872.
- Li Y., Wang W., Cheng X., Su M., Ma X., and Xie X., 2015, Simultaneous CO₂/HCl Removal Using Carbide Slag in Repetitive Adsorption/Desorption Cycles, *J. of Fuel* (142): 21-27.
- Mikhail R.Sh., Brunauer S., and Copeland L.E., 1966, Kinetics of the Thermal Decomposition of Calcium Hydroxide, *J. of Colloid and Interface Science* (21): 394-404.
- Moropoulou A., Bakolas A., and Aggelakopoulou E., 2001, The Effects of Limestone Characteristics and Calcination Temperature to The Reactivity of The Quicklime, *Cement and Concrete Research* (31): 633-639.
- Moyeda D.K., Seeker W.R., England G.C., and Linz D.G., 1990, The Formation and Control of PCDD/PCDF from RDF-Fired Combustion Systems. *J. of Chemosphere* (20):1817-1824.
- Partanen J., Backman P., Backman R., and Hupa M., 2005, Absorption of HCl by Limestone in Hot Flue Gases. Part I: The Effects of Temperature, Gas

- Atmosphere and Absorbent Quality, *J. of Fuel*, 1664-1673.
- Ren Xiaohan., Sun Rui., Chi H.H., Meng Xiaoxiao., Li Yupeng, and Levendis Y.A., 2017, Hydrogen Chloride Emissions From Combustion of Raw and Torrefied Biomass, *J. of Fuel* (200): 37-46.
- Roesch A., Reddy E.P., and Smirniotis P.G., 2005, Parametric Study of Cs/CaO Sorbents with Respect to Simulated Flue Gas at High Temperatures, *J. of Industrial and Engineering Chemistry* (44), 6485–6490.
- Salvador C., Lu D., Anthony E.J., and Abanades J.C., 2003, Enhancement of CaO for CO₂ Capture in an FBC Environment, *Chemical Engineering Journal* (96):187–195.
- Shearer J.A., Johnson I., and Turner C.B., 1979, Effects of Sodium chloride on Limestone Calcination and Sulfation in Fluidized-Bed Combustion, *J. of Environmental Science Technology* (13): 1113–1118.
- Shih S.M., Ho C.S., Song Y.S., and Lin J.P., 1999, Kinetics of the Reaction of Ca(OH)₂ with CO₂ at Low Temperature, *Industrial and Engineering Chemistry Research* (38) :1316-1322.
- Sondreal E.A., Benson S.A., Hurley J.P., Mann M.D., Pavlish J.H., and Swanson M.L., (2001), Review of Advances in Combustion Technology and Biomass Cofiring, *J. of Fuel Process Technology* (71):7–38.
- Soud H.N., 1994, FGD Installations on Coal-fired Plants, 2nd ed., IEA Coal Research, London.
- Tan J., Yang G., Mao J., and Dai H., 2014, Laboratory Study on High-Temperature Adsorption of HCl by Dry-Injection of Ca(OH)₂ in a Dual-Layer Granular Bed Filter, *Frontiers of Environmental Science and Engineering* (8): 863-870.
- Tillman D.A., Duong D., and Miller B., 2009, Chlorine in Solid Fuels Fired in Pulverized Fuel Boilers Sources, Forms, Reactions, and Consequences: a literature review. *Energy Fuels* (23): 3379-3391.
- Wang W., Ye Z., and Bjerle I., 1996, The Kinetics of The Reaction of Hydrogen Chloride with Fresh and Spent Ca-based Desulfurization Sorbents, *J. of Fuel* (75):207–212.
- Wey M.Y., Liu K.Y., Yu W.J., Lin C.L., and Chang F.Y., 2008, Influences of Chlorine Content on Emission of HCl and Organic Compounds in Waste Incineration Using Fluidized Beds, *J. of Waste Management* (28):406-415.



Vol. 8 No. 2 (2017) 92-103

**Jurnal Riset
Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri**

Journal homepage : ejournal.kemenperin.go.id/jrtppi

**Kementerian
Perindustrian**
REPUBLIK INDONESIA

Kemampuan isolat bakteri *Haloferax spp* dalam meningkatkan kemurnian garam NaCl pada proses kristalisasi

The ability of Haloferax spp bacteria isolates to increase the purity of NaCl salt in the crystallization process

Nilawati, Marihati, Rizal Awaludin Malik

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, Jl. Ki Mangunsarkoro No 6 PO Box: 829, Semarang 50136, Indonesia

INFO ARTIKEL

Sejarah Artikel :

Diterima 20 September 2017

Direvisi 31 Oktober 2017

Disetujui 31 Oktober 2017

Dipublikasikan online

21 November 2017

Keywords :

Haloferax spp

Halophilic

NaCl salt

Environmental friendly

ABSTRAK

Selama ini garam rakyat yang diproduksi secara tradisional menghasilkan kemurnian NaCl yang masih rendah yaitu 84-90 %. Telah ada penelitian untuk meningkatkan kemurnian NaCl dengan menggunakan konsorsium bakteri halofilik berwarna merah dengan genus *Haloferax spp*, namun belum diketahui secara pasti mengenai peran dan kemampuan bakteri ini dalam proses kristalisasi garam. Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan bakteri *Haloferax spp* dalam proses kristalisasi garam dan kualitas garam NaCl yang dihasilkan, sehingga bisa dihasilkan garam dengan kemurnian NaCl tinggi. Penelitian ini terbagi atas dua tahap yaitu penentuan jumlah starter untuk kristalisasi dan percobaan kristalisasi. Parameter yang diukur adalah absorbansi (OD 600), kemurnian NaCl hasil kristalisasi, konsentrasi larutan garam ($^{\circ}\text{Be}$), kekeruhan, warna kristal, dan pengamatan mikroskopis. Variabel yang digunakan pada penelitian pertama adalah komposisi inokulum yang akan digunakan sebagai starter, dan variabel pada penelitian kedua merupakan variabel pembandingan yaitu air garam tua dengan penambahan konsorsium halofilik, penambahan nutrisi LB (*Luria berthani*) dan kontrol berupa air garam tua. Hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi terbaik untuk proses kristalisasi adalah konsentrasi isolat 10% dan penambahan pada proses kristalisasi sebanyak 1%. Pada penelitian kedua kenaikan konsentrasi larutan garam tercepat 7 hari diperoleh pada perlakuan *Haloferax spp* dan kontrol+LB, kekeruhan tertinggi didapatkan oleh perlakuan konsorsium halofilik, dan kekompakan kristal garam yang terbaik dihasilkan oleh perlakuan *Haloferax spp*. NaCl yang dihasilkan dari penambahan bakteri *Haloferax spp* memiliki nilai tertinggi yaitu 94,64%, sementara perlakuan dengan konsorsium bakteri halofilik sebesar 92,84%, kontrol dengan penambahan nutrisi LB 92,51% dan kontrol 91,0%.

ABSTRACT

Traditional salt consisted a low purity of NaCl of 84-90%. There has been researched to improve the purity of NaCl using red halophilic, *Haloferax spp*. However the role and capability of these bacteria in the salt crystallization process is still unclear. Therefore this study aims to determine the ability of *Haloferax spp* bacteria in the process of salt crystallization and the quality of resulted salt NaCl. This research was divided into two stages. First stage was to determine of the number of starters for crystallization and second stage focused on experiments of crystallization. The measured parameters were absorbance (OD 600), purity of crystallized NaCl, salt solution concentration ($^{\circ}\text{Be}$), turbidity, crystal color, and microscopic observation. The variable in the first stage were the composition of inoculum as starter. The variable in the second study was the comparison between old salt water with the addition of halophilic consortium, the addition of LB nutrition (*Luria berthani*) and old salt water only as a control. The results showed that the best composition for crystallization process was 10% isolate concentration and the addition of crystallization process was 1%. In the second study, the increasing of salt concentratio in 7 days

was obtained in *Haloferax* spp and LB + control treatment, the highest turbidity was obtained by the halophilic consortium treatment, and the best crystal synthesis of salt was achieved by *Haloferax* spp treatment. The resulted salt from the addition of *Haloferax* spp bacteria had the highest value of NaCl 94.64%, while the resulted NaCl from treatment with halophilic bacteria consortium, control with the addition of LB nutrient, and control were 92.84%, 92.51% and 91.0% respectively.

© 2017 BBTPPI. All rights reserved.

*Alamat korespondensi :

E-mail : nilawatibbtpi@yahoo.co.id (Nilawati)

Telp. +6282243313173

doi : <https://10.21771/jrtpi.2017.v8.no.2.p92-103>

2503-5010/2087-0965© 2017 Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri-BBTPPI (JRTPPI-BBTPPI).

This is an open access article under the CC BY-NC-SA license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>).

Accreditation number : (LIPI) 756/Akred/P2MI-LIPI/08/2016

1. PENDAHULUAN

Proses peladangan garam di Indonesia umumnya masih dilakukan dengan metode tradisional dengan menguapkan air laut menggunakan bantuan sinar matahari. Hasil kristalisasi garam secara tradisional ini menghasilkan garam NaCl dengan kemurnian yang rendah (84-90%). Hal ini disebabkan oleh adanya zat pengotor seperti MgCl, CaSO₄, FeCl₃, dan KCl yang ikut terkristalisasi (Rocha dkk, 2012). Berdasarkan standar SNI 4435:2017, garam bahan baku untuk industri garam beryodium dipersyaratkan mempunyai kadar kemurnian NaCl sebesar 94, untuk kualitas K1, dan minimal 90% untuk kualitas K2. Keberadaan zat pengotor *impurities* ini sangat berpengaruh pada proses maupun aplikasi dari penggunaan NaCl baik untuk aplikasi pada industri bahan pangan maupun pada industri kimia (Sedivy, 2009). Untuk menghasilkan garam NaCl dengan kualitas yang sangat baik bisa dilakukan secara kimiawi dan secara mekanis (Götzfried dan Kondorosy, 2009). Selama ini untuk meningkatkan kemurnian NaCl garam bahan baku di industri garam beryodium masih menggunakan metode pencucian. Pencucian garam menggunakan air garam ²²⁰Be sebagai bahan pencuci sehingga proses ini akan menghasilkan air limbah. Menurut Nilawati dan Marihati, (2017), limbah pencucian garam mempunyai density diatas 25⁰ Be dan dibuang ke lingkungan dengan rata-rata debit 1,5 m³ per-10 ton garam yang dicuci.

Salah satu usaha untuk mencegah adanya limbah cair di unit pencucian garam yaitu dengan tersedianya bahan baku dengan kandungan NaCl diatas 94%. Salah satu alternatif metode untuk meningkatkan kualitas garam NaCl dengan peladangan garam dilakukan secara bioteknologi dengan menggunakan jenis halobakteria/ haloarchaeobakteria.

Menurut Davis, (1974) terdapat beberapa persyaratan pada proses peladangan garam untuk menghasilkan garam NaCl dengan kualitas yang tinggi diantaranya adalah air tua yang akan dikristalkan harus sudah terbebas dari materi organik berlebihan, salinitas air tua harus mendukung kehidupan dari bakteri halofilik berwarna merah karena kehadiran bakteri halofilik ini akan mengoksidasi materi organik yang berlebihan dimana kadar materi organik yang terlalu tinggi dapat menyebabkan gangguan pada pembentukan kristal NaCl. Pada kolam kristalisasi dan kolam penuaan terdapat banyak jenis mikroorganisme yang hidup dan berkembang, baik mikroorganisme halofilik maupun halotoleran. Beberapa jenis bakteri halotoleran seperti *Bacillus subtilis*, *Bacillus licheniformis*, *Staphylococcus capitis* (Sundaresan dkk., 2006), dan beberapa jenis genus *Pseudomonas*, *Vibrio* dan *Aeromonas* (Mani dkk., 2012) seringkali ditemukan pada area kristalisasi garam. Selain jenis bakteri, terdapat jenis mikroorganisme lain yang umumnya hidup pada area kristalisasi garam yaitu *Artemia salina*, alga *Dunaliella* spp dan jenis-jenis *phytoplankton* lainnya (Abid dkk., 2008).

Bakteri halofilik merupakan jenis mikroorganisme yang habitatnya berada pada perairan dengan kadar garam tinggi (Shivanand dan Mugeraya, 2011). Sebagian besar bakteri halofilik yang hidup pada kadar salinitas yang tinggi memiliki pigmen warna (Mani dkk, 2012). Pigmen warna yang dimiliki oleh bakteri halofilik umumnya merupakan golongan karotenoid dan bacterioruberin (Rodrigo-Baños dkk, 2015), pigmen warna ini berhubungan erat dengan kebutuhan akan sinar matahari untuk menghasilkan energi sekaligus untuk melindungi intrasellular bakteri halofilik dari oksidasi yang terjadi akibat terpapar oleh sinar UV (Waditee-Sirisartha dkk, 2016). Ventosa dan Oren, (2011) menyatakan bahwa organisme halofilik berwarna merah memiliki peran yang signifikan dalam peningkatan kualitas garam yang dihasilkan pada peladangan garam. Secara umum sebagian besar anggota famili bakteri halofilik memiliki kemampuan untuk mengakumulasi anion khususnya ion K^+ dalam tubuhnya (Empadinhas dan Costa, 2008). Penelitian yang dilakukan oleh Marihati dkk., (2014) menunjukkan bahwa proses peladangan garam dengan bio manajemen menggunakan *Artemia salina* dan konsorsium bakteri halofilik menghasilkan garam NaCl dengan kemurnian 98.48%, namun belum diketahui secara spesifik mengenai peran dan jenis dari bakteri halofilik berwarna merah pada proses kristalisasi garam.

Kehadiran mikroorganisme halofilik dalam proses kristalisasi garam telah terbukti secara praktikal berpengaruh signifikan pada garam NaCl yang dihasilkan namun belum ditemukan secara jelas faktor apa saja yang berpengaruh dalam sistem tersebut (Oren, 2010), sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Giordano dkk., (2012) menyatakan bahwa kehadiran alga *Dunaliella salina* tidak secara signifikan mempengaruhi kadar mikroelemen pada media tumbuhnya. Belum diketahui secara pasti mengenai peran dan kemampuan bakteri Halofilik berwarna merah khususnya genus *Haloferax spp* dalam proses kristalisasi garam, oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan bakteri halofilik berwarna merah dari genus *Haloferax spp* dalam proses kristalisasi garam dan kualitas garam NaCl yang dihasilkan. Dengan harapan bila dihasilkan kemurnian NaCl tinggi

sehingga garam bahan baku tidak diperlukan lagi pencucian bila akan diproses lebih lanjut. Dengan demikian akan mencegah menghasilkan limbah cair dari unit pencucian garam.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan meliputi bahan media halofilik artifisial yang digunakan dibuat berdasarkan modifikasi dari Schneegurt (2012), yeast ekstrak (sumber N dan vitamin B) 0,25 gr/L (Oxoid), trypton (sumber N) 0,5 gr/L (Oxoid), $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 20 gr/L (99% Merck), KCl 2 gr/L (99% Merck), Trisodium sitrat (sumber C) 3 gr/L (99% Merck), NaCl 240 gr/L (99% Merck) dan $FeCl_3 \cdot 3H_2O$ 0,036 gr/L (99% Merck). Media halofilik alami merupakan air garam tua (22° be) yang ditambahkan dengan yeast ekstrak (0,25 gr/L) dan trypton (0,5 gr/L). Larutan garam yang digunakan untuk kristalisasi adalah larutan air garam tua (22° be) yang didapatkan dari peladangan garam di Sampang Madura.

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer Agilent Cary 60 UV-Vis, Mikroskop *Hirox CCD KH-8700*, *beaker glass*, nampan plastik untuk kristalisasi, gelas ukur, *shaker incubator* Biosan Environmental Shaker incubator ES-20/60 dan baume meter.

2.2 Prosedur

2.2.1 Penyiapan Isolat Bakteri

Isolat bakteri *Haloferax spp* yang digunakan pada penelitian ini didapatkan dari hasil isolasi dan identifikasi bakteri yang berasal dari peladangan garam di Sampang Madura (Marihati, dkk., 2016). Kemudian isolat *Haloferax spp* dan konsorsium halofilik diperbanyak pada media cair halofilik berdasarkan (Schneegurt, 2012) yang telah di modifikasi.

2.2.2 Variasi Jumlah Starter Isolat *Haloferax Spp* pada Kristalisasi Garam NaCl

Dalam menentukan jumlah starter terbaik dilakukan percobaan kristalisasi dengan menggunakan

isolat *Haloferax* spp dan konsorsium bakteri halofilik dengan menggunakan 2 variabel. Variabel pertama adalah penggunaan isolat bakteri sebagai starter awal untuk pengkayaan dengan konsentrasi isolat 2,5%, 5% dan 10% dan kemudian diinkubasi dalam shaker incubator selama 7 hari pada suhu 39°C dengan putaran 150 rpm dan dilakukan pengamatan berupa pengukuran absorbansi/optical density (OD₆₀₀) setiap hari (interval 24 jam) menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 600nm untuk mengetahui perkembangannya, lalu variabel selanjutnya adalah penggunaan isolat bakteri sebanyak 0,5%, 1% dan 1,5% lalu dilanjutkan dengan proses kristalisasi untuk mengetahui pengaruh variasi pemberian isolat pada kualitas garam NaCl yg dihasilkan.



Gambar 1. Starter inokulum *Haloferax* spp berwarna oranye tua kemerahan (kiri) dan starter inokulum konsorsium halofilik berwarna oranye-abu (kanan)

2.2.3 Kristalisasi

Percobaan kristalisasi menggunakan *Haloferax* spp dilakukan dengan menambahkan isolat bakteri *Haloferax* spp dengan menggunakan kombinasi variasi terbaik dari percobaan sebelumnya dan konsorsium halofilik masing-masing sebanyak 1% kedalam air garam tua yang (22° be) yang akan di kristalkan. Sebagai kontrol pertama digunakan air garam tua dengan penambahan yeast ekstrak (0,25 gr/L) dan trypton (0,5 gr/L). Kontrol kedua berupa air garam tua yang tidak diberikan penambahan apapun. Seluruh perlakuan diaerasi selama 14 hari hingga konsentrasi larutan mencapai 25° Be (Marihati, dkk., 2014), kemudian dilakukan kristalisasi dengan menempatkan seluruh sampel

kedalam nampan plastik dengan volume masing-masing 2 liter. Proses kristalisasi dilakukan dengan menggunakan bantuan panas matahari. Selama proses kristalisasi dilakukan pengamatan konsentrasi larutan garam dengan menggunakan baume meter dan pengamatan *absorbansi* menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 600 nm. Setelah proses kristalisasi selesai sampel garam ditempatkan pada tampah kayu untuk ditiriskan selama 3 hari hingga larutan *bittern* telah tiris seluruhnya. Kristal garam yang telah didapatkan dari proses kristalisasi kemudian dilakukan pengamatan meliputi warna, tekstur dan morfologi kristal garam dengan menggunakan mikroskop *Hirox CCD Microscope KH-8700*. Setelah itu diuji kadar NaCl dan kadar air sesuai dengan SNI 01-3556-1994.

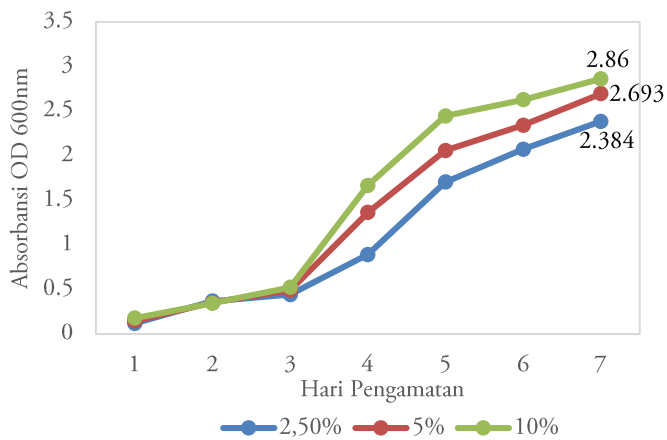
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Penelitian tahap pertama untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dan jumlah starter bakteri *Haloferax* spp yang digunakan saat kristalisasi garam terhadap kadar NaCl

Sebagian besar jenis bakteri halofilik khususnya halofilik ekstrim yang memiliki pigmen warna membutuhkan waktu inkubasi yang relatif cukup lama dibandingkan dengan bakteri golongan non halofilik (Kushner, 1966), seperti spesies *Halorubrum* spp yang memiliki waktu inkubasi 7 hari (Naziri dkk, 2014), bakteri *Haloferax* dengan masa inkubasi 7-10 hari (Enache dkk, 2006), bakteri *Haloarcula amylolytica* di inkubasi selama 6-10 hari (Yang dkk, 2007).

Dari hasil pengamatan Gambar 2 didapatkan hasil bahwa ketiga variasi inokulum menunjukan bentuk kurva yang relatif sama yaitu memasuki fase peak pada hari ke-7, hal ini sesuai dengan Yeannes dkk., (2011) yang melakukan percobaan menggunakan bakteri *Haloferax* spp dengan masa inkubasi 5-7 hari. Nilai absorbansi tertinggi didapatkan pada variasi inokulum 10% yaitu 2,86 namun apabila dibandingkan dengan kedua variasi lainnya nilai tersebut tidak secara signifikan berbeda. Nilai absorbansi merupakan analogi dari jumlah sel bakteri dalam larutan yang diujikan,

semakin tinggi nilai absorbansi maka semakin tinggi pula jumlah sel bakteri dalam larutan tersebut.



Gambar 2. Pengaruh variasi jumlah inokulum dan lama pengamatan terhadap nilai absorbansi starter bakteri *Haloferax spp*

Tabel 1. Hasil analisis kimia garam hasil kristalisasi dengan menggunakan bakteri *Haloferax spp*

Perlakuan	Air, %	Cl %	Rata-rata Kadar NaCl (%)
S ₁ P ₁	3,81	55,21	93,36
S ₂ P ₁	4,64	54,72	93,03
S ₃ P ₁	5,85	53,68	92,37
S ₀	5,55	53,74	92,53
S ₁ P ₂	3,71	55,75	93,73
S ₂ P ₂	4,25	55,04	93,86
S ₃ P ₂	4,40	55,59	94,93
S ₁ P ₃	3,56	55,40	93,76
S ₂ P ₃	2,02	56,30	93,54
S ₃ P ₃	5,61	53,81	92,90

Keterangan :

S₁ : Konsentrasi isolat pada saat pembuatan starter (2,5 %)

S₂ : Konsentrasi isolat pada saat pembuatan starter (5 %)

S₃ : Konsentrasi isolat pada saat pembuatan starter (10 %)

P₁ : Perlakuan penambahan starter pada saat kristalisasi (0,5 %)

P₂ : Perlakuan penambahan starter pada saat kristalisasi (1%)

P₃ : Perlakuan penambahan starter pada saat kristalisasi (1,5 %)

S₀ : Kontrol tanpa penambahan starter

Tabel 1 menunjukkan bahwa kombinasi terbaik untuk menghasilkan NaCl adalah variasi dengan

konsentrasi isolat S₃P₂ dengan kemurnian NaCl 94,93%. Nilai kemurnian terendah didapatkan pada variasi S₀ (air garam tua) sebagai kontrol. Penambahan starter bakteri pada kristalisasi menunjukkan adanya peningkatan kualitas kemurnian NaCl yang dihasilkan. Dilihat dari data pada Tabel 1 seharusnya perlakuan S₃P₃ memiliki hasil yang lebih baik dibandingkan dengan perlakuan lainnya mengingat bahwa pada perlakuan tersebut secara kuantitas bakteri yang terkandung pada starter akan lebih banyak, namun hasil percobaan justru menunjukkan hasil yang sebaliknya, hal ini terjadi karena tingginya kuantitas bakteri yang diberikan pada awal proses tidak sebanding dengan jumlah materi organik yang terkandung dalam air garam tua yang digunakan sehingga bakteri akan cepat tumbuh dan juga cepat mengalami kematian karena tidak adanya sumber makanan. Kematian dari sel sel bakteri ini berdampak pada peningkatan materi organik dalam larutan air garam tua, tingginya materi organik pada saat proses kristalisasi akan berdampak pada malformasi dan penghambatan pembentukan kristal-kristal garam (Davis dan Giordano, 1995). Untuk percobaan selanjutnya dipilih perlakuan konsentrasi isolat 10% dan penambahan isolat sebagai starter pada proses kristalisasi sebanyak 1%.

3.2. Penelitian tahap kedua, Proses Kristalisasi dan Kualitas Garam NaCl yang Dihasilkan

Sebelum proses kristalisasi dilakukan, terlebih dahulu disiapkan starter bakteri *Haloferax spp* yang diperoleh dari variasi perlakuan terbaik pada penelitian tahap pertama yaitu variasi perlakuan S₃P₂. Bakteri *Haloferax spp* dan konsorsium Halofilik ditumbuhkan pada air garam 22° be pada wadah penampung dan ditambahkan ekstrak yeast dan trypton (Klykov dkk., 2012), lalu dilakukan aerasi menggunakan aerator dengan kecepatan aliran 14,54 ml/detik.

3.2.1 Pengaruh Penambahan Bakteri *Haloferax spp* dan Konsorsium Halofilik Terhadap Faktor Fisik Kristalisasi

Faktor fisik yang mempengaruhi proses kristalisasi garam adalah kedalaman/ketinggian air garam tua yang

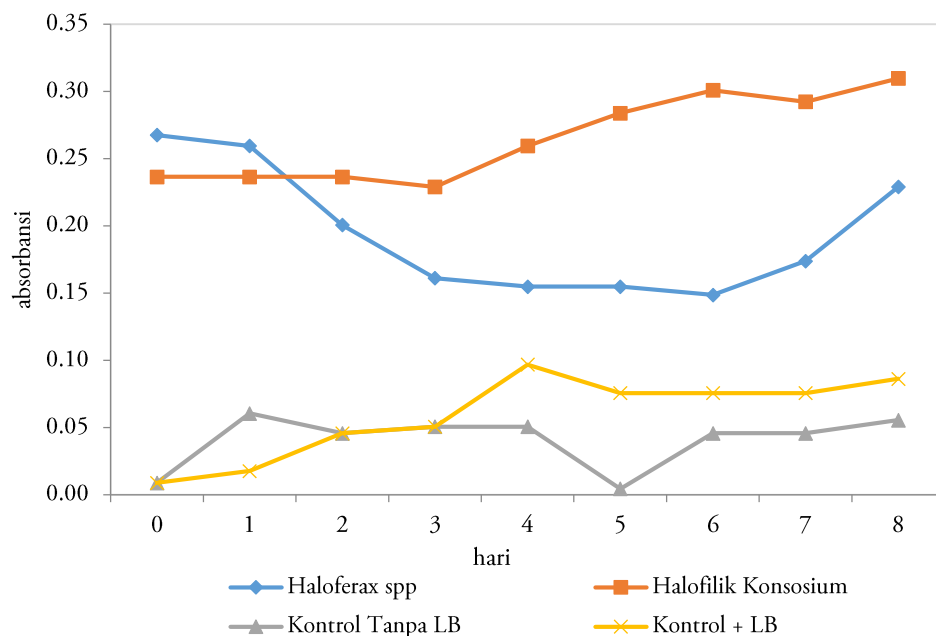
dikristalkan, kecepatan angin dan suhu (Coelho dkk, 2014). Pengaruh penambahan isolat bakteri baik isolat *Haloferax spp* maupun isolat konsorsium halofilik dapat mempengaruhi kemurnian dari kristal garam NaCl yang dihasilkan. Kehadiran adanya bakteri *Haloferax* maupun bakteri halofilik ini secara fisik dapat meningkatkan suhu air garam tua yang sedang dalam proses kristalisasi karena adanya pigmen berwarna oranye hingga merah yang dimiliki oleh bakteri-bakteri tersebut (Javor, 2002).

Peningkatan suhu air garam pada saat kristalisasi terjadi karena radiasi panas yang masuk kedalam air garam akan terperangkap sehingga akan menghasilkan efek rumah kaca pada air garam tersebut (Rocha dkk., 2012).

Jenis bakteri *Halobakterial/halofilik* yang hidup pada proses kristalisasi garam umumnya memiliki pigmen berwarna merah terang hingga ke oranye, pigmen warna ini merupakan senyawa *bakterioruberin/bakteriorhodopsin* (Naziri dkk., 2014) dan juga senyawa karotenoid dan turunannya (Jehlicka dkk., 2017). Pigmen warna yang berada pada dinding sel merupakan antioksidan dimana akan mengakibatkan bakteri-bakteri halofilik lebih tahan terhadap stress akibat terpapar UV dari radiasi sinar matahari (Klein, dkk, (2012). Gelombang sinar UV apabila

mempenetrasi kedalam sel bakteri maka dapat berdampak pada rusaknya sel bakteri dan kemudian akan menyebabkan kematian pada bakteri (Yatsunami dkk., 2014).

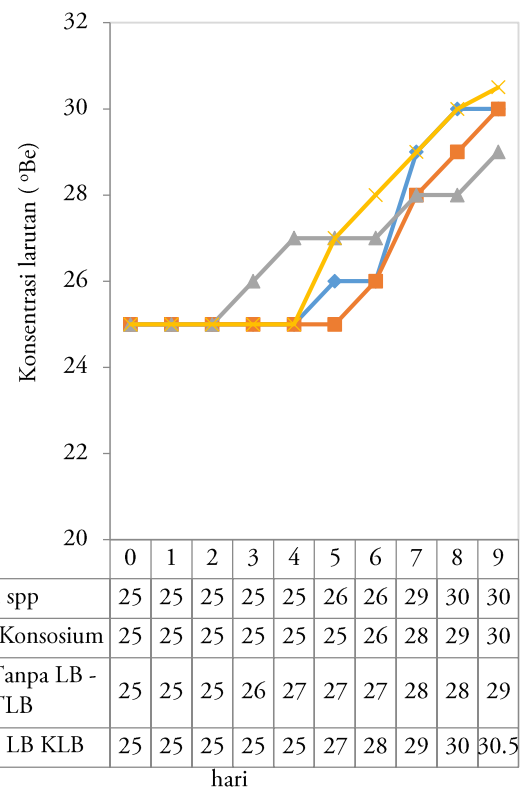
Pada Gambar 3 terlihat bahwa nilai absorbansi dengan perlakuan halofilik konsorsium memiliki nilai 0,3098, sedangkan perlakuan *Haloferax spp* memiliki nilai absorbansi 0,2291. Perbedaan nilai absorbansi antara isolat *Haloferax spp* dan konsorsium bakteri halofilik dikarenakan perlakuan dengan jenis *Haloferax spp* adalah jenis bakteri yang berwarna oranye tua kemerahan sedangkan konsorsium bakteri halofilik berwarna oranye abu-abu dan lebih keruh (krem) hal ini terjadi karena konsorsium merupakan campuran “raw” mikroorganisme halofilik maupun halotoleran. Adanya bermacam-macam jenis bakteri pada konsorsium bakteri halofilik menyebabkan warna yang dihasilkan adalah warna oranye abu-abu dan terlihat lebih keruh. Kekeruhan tersebut akan menyebabkan berkurangnya penyerapan radiasi matahari pada saat kristalisasi. Isolat bakteri *Haloferax spp* berwarna oranye tua kemerahan pekat sehingga dapat berfungsi secara optimal dalam menyerap radiasi matahari maupun menimbulkan efek rumah kaca pada area kristalisasi.



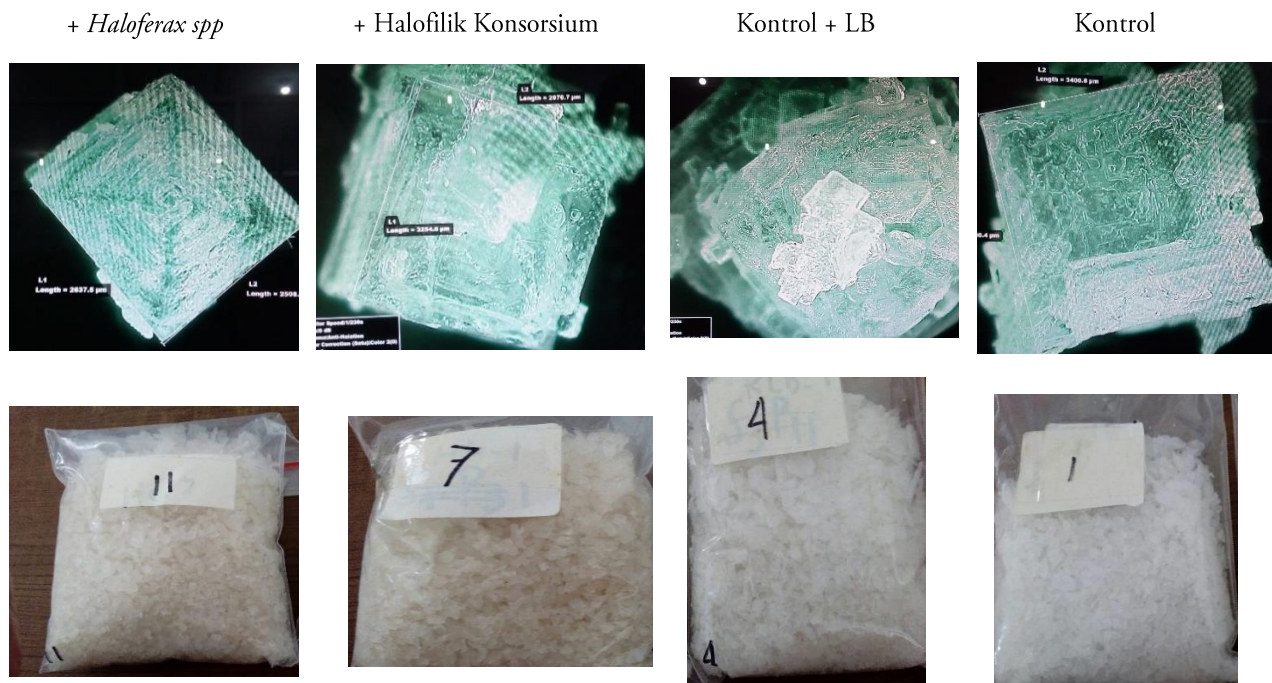
Gambar 3. Pengaruh penambahan bakteri *Haloferax spp*, konsorsium Halofilik, kontrol, kontrol+LB dan lama kristalisasi terhadap nilai absorbansi larutan kristalisasi garam



Gambar 4. Visualisasi warna larutan garam dengan perlakuan dari kiri ke kanan halofilik konsorsium, *haloferax spp*, kontrol, kontrol dengan penambahan LB



Gambar 5. Pengaruh penambahan bakteri *Haloferax spp*, konsorsium halofilik, kontrol, Kontrol+LB dan lama kristalisasi terhadap kenaikan konsentrasi larutan garam (°Be)



Gambar 6. Pengaruh penambahan bakteri *Haloferax spp*, konsorsium halofilik, kontrol, kontrol+LB dan lama kristalisasi terhadap bentuk kristal garam

3.2.2 Aktivitas Biokimia *Haloferax spp* terhadap proses kristalisasi garam NaCl

Selain berpengaruh terhadap faktor fisika, bakteri-bakteri *Haloferax spp* juga berpengaruh terhadap inisiasi pembentukan kristalisasi akibat adanya aktivitas biokimia bakteri *Haloferax spp*. Bakteri golongan halofilik berwarna merah hidup pada kondisi salinitas yang sangat tinggi (>200 g/L NaCl), pada bakteri non halofilik kondisi ini akan menyebabkan kematian sel akibat adanya gradien yang sangat ekstrim antara osmotik di dalam sel dan diluar sel (Kunte dkk, 2004). Bakteri *Haloferax spp* memiliki kemampuan untuk beradaptasi dengan kondisi lingkungan yang salin, adaptasi tersebut meliputi produksi senyawa-senyawa osmolit seperti *glycine*, *betain*, *ectoine* dan beberapa jenis asam amino dan polisakarida (Roberts dkk, 2005), mempertahankan keseimbangan osmotik intraseluler dengan mekanisme regulasi dan akumulasi anion-kation (Gunde-Cimerman dkk., 2005). Regulasi dan akumulasi kation-anion dalam sel bakteri *Haloferax spp* terjadi karena adanya kebutuhan akan keseimbangan antara osmolaritas larutan dan osmolaritas intraseluler, sedangkan senyawa-senyawa osmolit tidak diakumulasi melainkan disekresikan (Dassarma, 2001). González-Hernández dkk., (2004), menyatakan bahwa bakteri halofilik dapat mengakumulasi ion Na^+ dalam jumlah besar namun apabila terdapat ion K^+ maka ion-ion Na^+ yang terakumulasi dalam sel akan di tukar dengan ion K^+ melalui pompa ion pada dinding sel.

Konsentrasi larutan menunjukkan adanya peningkatan konsentrasi kation-anion dalam larutan garam, peningkatan ini terjadi karena air yang terkandung dalam larutan garam menguap pada proses kristalisasi. Hasil pengamatan konsentrasi larutan tersaji pada Gambar 5. Gambar 5 menunjukkan konsentrasi larutan pada perlakuan *Haloferax spp* dan kontrol dengan penambahan LB mulai meningkat pada hari ke-5, sedangkan pada perlakuan Halofilik konsorsium peningkatan konsentrasi larutan mulai terjadi pada hari ke 6, sedangkan kontrol mulai meningkat pada hari ke-4. Konsentrasi larutan pada seluruh perlakuan mencapai puncaknya (30° be) pada hari ke-8 sedangkan kontrol hanya mencapai 29° Be pada hari pengamatan terakhir, fenomena ini menunjukkan

pentingnya pengaruh warna terhadap evaporasi air pada larutan garam. Perbedaan-perbedaan konsentrasi pada larutan garam ini menunjukkan bahwa adanya variasi perlakuan tersebut memiliki dampak yang berbeda-beda pada saat proses kristalisasi. Semakin cepat proses peningkatan konsentrasi larutan garam maka semakin cepat proses kristalisasi berjalan sehingga akan meningkatkan kecepatan produksi dari garam tersebut.

3.2.3 Pengamatan Visual Kristal Garam

Kristal garam dari proses kristalisasi dengan berbagai perlakuan tersebut menghasilkan karakteristik bentuk dan warna kristal yang berbeda. Pengamatan kristal garam secara visual tersaji pada Gambar 6.

Dari Gambar 6 terlihat bahwa warna dari tiap perlakuan memiliki karakteristik bentuk kristal yang berbeda, perlakuan dengan *Haloferax spp* memiliki bentuk kristal kubik regular dengan ukuran 2,9-4 mm dan kristal garam yang dihasilkan bertekstur relatif lebih keras dan berwarna putih sedikit kemerahan. Salah satu karakteristik garam yang dikristalkan dengan bantuan bakteri halofilik adalah warna garam ketika dipanen akan berwarna sedikit kemerahan, hal ini disebabkan karena adanya komunitas bakteri halofilik yang terjebak dalam kristal garam.

Kemampuan bakteri halofilik dalam mengakumulasi ion-ion akan sangat membantu proses kristalisasi karena ketika terjadi proses pertukaran antara ion K^+ , Mg^{2+} yang masuk kedalam sel bakteri halofilik dan ion Na^+ yang dikeluarkan oleh bakteri maka akan terjadi pergeseran saturasi sehingga ion Na^+ dan Cl^- disekitar sel bakteri akan lebih tinggi sehingga akan menginisiasi pembentukan kristal garam (Castanier dkk., (1992), pernyataan tersebut diperkuat oleh penelitian yang dilakukan oleh (Lopez-Cortes & Ochoa, 1998) yang menyatakan bahwa bakteri halofilik berperan dalam pembentukan kristal garam NaCl karena sel bakteri halofilik dapat berperan sebagai *template* pembentukan kristal garam. Pengamatan menggunakan mikroskop pada perlakuan dengan halofilik konsorsium terlihat bentuk kristal garam berupa kubik dengan ukuran 2,7-3,3mm dan terlihat sedikit bertumpuk antara kubik-kubik kristal besar

yang terbentuk, tekstur kristal garam pada perlakuan ini relatif lebih keras dibanding kontrol dan berwarna putih-sedikit kecoklatan/merah. Kontrol dengan penambahan LB memiliki bentuk mikroskopis lebih irregular dimana satu kristal garam terbentuk dari tumpukan beberapa kristal kecil, warna pada perlakuan ini cenderung lebih putih dibanding perlakuan dengan *Haloferax spp* dan konsorsium halofilik. Variasi kontrol dengan penambahan LB memiliki tekstur yang lebih rapuh (*brittle*) karena kristal garam terbentuk dari kristal-kristal kecil dan terdapat bentuk kristal dendritik tipis. Kontrol pada penelitian ini memiliki warna kristal garam yang lebih putih bersih dibandingkan dengan perlakuan lainnya, secara mikroskopis kristal garam yang terbentuk berupa kubik dengan ditumbuhi kristal-kristal kecil disekeliling kubik kristal utama, dan tekstur dari kristal ini lebih getas/rapuh.

3.2.4. Kualitas Kristal NaCl yang Dihasilkan dari Seluruh Perlakuan

Hasil kristalisasi pada Tabel 2 menunjukkan, bahwa seluruh perlakuan menghasilkan kristal garam dengan kemurnian diatas 90 %, dimana hasil terbaik diperoleh dari perlakuan dengan menggunakan *Haloferax spp* dengan kemurnian rata-rata mencapai 94,64%, perlakuan menggunakan konsorsium halofilik menghasilkan garam NaCl dengan kemurnian 92,84%. Kontrol negatif berupa air garam tua yang tidak diberi perlakuan berupa penambahan bakteri maupun nutrisi memiliki kemurnian NaCl yang paling kecil yaitu 91%, sedangkan kontrol dengan pemberian nutrisi *Luria berthani* (yeast ekstrak dan trypton) memiliki kemurnian rata-rata 92,51%. Dengan diperolehnya kadar kemurnian yang tinggi diatas 94% yang akan digunakan sebagai bahan baku oleh industri garam beryodium maka tidak memerlukan pencucian lagi, dengan asumsi garam yang dihasilkan juga terbebas dari cemaran fisik seperti kotoran-kotoran yang tak larut seperti pasir, kerikil, serpihan kayu. Dengan demikian akan diperoleh beberapa keuntungan bagi industri yaitu, akan menghemat air, tenaga, energi listrik dan yang terpenting tidak menghasilkan limbah cair. Menurut Nilawati dan Marihati,

(2017), jumlah limbah cair yang dibuang sebanyak 1,5 m³ per-hari setiap pencucian garam 10 ton.

Tabel 2. Hasil uji garam hasil kristalisasi menggunakan bakteri *Haloferax spp*, konsorsium halofilik, kontrol dan kontrol+LB

Perlakuan	Ulangan	Air, %	Impuritas Kimia %	NaCl total
<i>Haloferax spp</i>	1	3,96	2,23	93,81
	2	5,04	0,1	94,86
	3	4,03	0,82	95,15
	Rata-rata	4,34	1,02	94,64
Halofilik Konsorsium	1	5,71	1,46	92,83
	2	6,32	1,34	92,34
	3	6,38	0,25	93,37
	Rata-rata	6,13	1,03	92,84
Kontrol	1	6,46	3	90,54
	2	5,69	4,37	89,94
	3	4,93	2,55	92,52
	Rata-rata	5,69	3,30	91,00
Kontrol + LB	1	5,98	2,75	91,27
	2	5,75	1,72	92,53
	3	4,84	1,43	93,73
	Rata-rata	5,52	1,966	92,51

Hasil kristalisasi garam NaCl dengan menggunakan bakteri *Haloferax spp* memiliki kemurnian rata-rata hingga 94,64% sedangkan kontrol tanpa menggunakan variasi hanya menghasilkan garam NaCl dengan kemurnian 91%. Peningkatan kadar kemurnian garam NaCl ini terkait dengan kemampuan bakteri *Haloferax spp* dalam meningkatkan laju kristalisasi secara fisik maupun kimiawi. Secara fisik laju kristalisasi meningkat karena adanya pigmen warna yang dimiliki oleh *Haloferax spp*, sedangkan secara kimiawi disebabkan karena adanya aktifitas biokimia, dimana bakteri ini mampu mendegradasi zat-zat impuritis pada proses kristalisasi. Hal ini didukung oleh data pada Tabel 3 terlihat bahwa jumlah zat impuritis paling rendah

pada perlakuan *Haloferax spp* dan Halofilik konsorsium dibandingkan dengan kontrol+LB dan kontrol.

Perlakuan menggunakan *Haloferax spp* memiliki nilai kemurnian lebih tinggi dari perlakuan menggunakan konsorsium halofilik yaitu NaCl 94,64% sementara perlakuan dengan isolat konsorsium bakteri halofilik hanya memiliki kemurnian 92,84%. Perlakuan dengan penambahan nutrisi *Luria Berthani* memiliki nilai kemurnian sebesar 92,51%, nilai ini hampir sama dengan perlakuan menggunakan konsorsium bakteri halofilik. Adanya kesamaan kemurnian ini disebabkan oleh beberapa faktor, diantaranya adalah warna air tua yang menjadi sedikit kecoklatan hal ini berpengaruh pada laju evaporasi ketika proses kristalisasi terjadi, selain itu adanya materi organik sederhana dalam air garam tua berperan juga dalam pencegahan terjadinya proses kopresipitasi NaCl (Oren, 1994). Kemurnian NaCl yang didapatkan tidak sebaik dengan penelitian (Marihati dkk., 2014), hal ini dikarenakan ketika dilakukan penelitian ini terhambat beberapa faktor seperti tidak adanya gradasi degradasi materi yang dilakukan oleh mikroorganisme non halofilik, dan kurangnya ketersediaan faktor-faktor pendukung utama seperti agitasi oleh adanya angin, dan panas dari sinar matahari. Pada penelitian ini panas matahari sangat terbatas dikarenakan keadaan cuaca yang tidak stabil dan agitasi oleh adanya angin sangat terbatas karena penelitian dilakukan di area laboratorium.

4. KESIMPULAN

Hasil penelitian diperoleh bahwa Isolat *Haloferax spp* mampu meningkatkan mutu kemurnian garam NaCl pada proses kristalisasi dengan sistem kristalisasi menggunakan panas matahari selama 7 hari. Kemurnian NaCl yang dihasilkan dari penambahan bakteri *Haloferax spp* memiliki nilai tertinggi dibandingkan perlakuan lainnya yaitu 94,64%, sementara perlakuan dengan menggunakan konsorsium bakteri halofilik menghasilkan kemurnian NaCl sebesar 92,84%, kontrol dengan penambahan nutrisi LB 92,51% dan kontrol 91,0%.

Haloferax spp berperan dalam menstimulus faktor fisika-kimia pada proses kristalisasi garam, faktor-faktor yang terpengaruhi oleh adanya bakteri *Haloferax spp* adalah warna larutan (kekeruhan) yang menjadi merah, kecepatan evaporasi/peningkatan konsentrasi larutan (°Be) sehingga proses pemanenan garam dapat lebih cepat, dan bentuk kristal NaCl yang dihasilkan yang lebih kompak dan solid.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada PT Garam yang telah memfasilitasi pengambilan sampel untuk percobaan penelitian dan kepada rekan-rekan analis laboratorium BBTPPI yang telah membantu dalam bidang analisis sampel hasil percobaan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abid, O., Sellami-Kammoun, A., Ayadi, H., Drira, Z., Bouain, A., & Aleya, L., 2008, Biochemical adaptation of phytoplankton to salinity and nutrient gradients in a coastal solar saltern, Tunisia, Estuarine, Coastal and Shelf Science, 80 (3): 391–400.
- Castanier, S., Perthuisot, J. P., Rouchy, J. M., Maurin, A., & Guelorget, O., 1992, Halite ooids in Lake Asal, Djibouti: Biocrystalline build-UPS, Geobios, 25 (6): 811– 821.
- Coelho, Ricardo, J., Hillario, Mauro, R., & Duarte, Nuno, R., 2014, Solar salt works integrated management - SSWIM. In *Solar salt works & The Economic Value of Biodiversity*: 58–65.
- Das sarma, S., 2001, Halophiles, *Encyclopedia of Life Science* (1),1–9. Nature Publishing Group.
- Davis, J. S., 1974, Importance of microorganisms in solar salt production. Symposium on salt (1): 369–372.
- Davis, J. S. (2009). Management of Biological Systems for Continuously- Operated Solar Saltworks. *Global Nest Journal*, 11(1): 73–78.
- Davis, J. S., & Giordano, M, 1995, Biological and physical events involved in the origin, effects, and control of

- organic matter in solar saltworks. *International Journal of Salt Lake Research* 4 (4): 335–347.
- Empadinhas, N., & Costa, M. S., 2008, Osmoadaptation mechanisms in prokaryotes: distribution of compatible solutes. *International Microbiology* (11):151–161.
- Enache, M., Itoh, T., Kamekura, M., Popescu, G., & Dumitru, L., 2006, Halophilic Archaea of Haloferax Genus Isolated from Anthropogenic Telega (Palada) Salt Lake. *Proceedings of the Romanian Academy. Series B*, 1(2): 11–16.
- Giordano, M., Bargnesi, F., & Ratti, S., 2012, The Presence of the Green Algae *Dunaliella salina* in Crystallizer Ponds of Salinas can Appreciably Affect the Quality of NaCl Crystal. In N. Koroavessis, S. Lauret, & W. Lox (Eds.), *International Conference On Biodiversity, Sustainability & Solar Salt* (pp. 2–8). Sevilla.
- González-Hernández, J. C., Cárdenas-Monroy, C. A., & Peña, A., 2004, Sodium and potassium transport in the halophilic yeast *Debaryomyces hansenii*. *Yeast*, 21 (5): 403–412.
- Götzfried, F., & Kondorosy, E., 2009. Recrystallization Process for the Upgrading of Rock And Solar Salts. In *9th International Symposium on Salt* (pp. 1–17).
- Gunde-Cimerman, N., Oren, A., & Plemenitas, A., 2005, *Adaptation to Life at High Salt Concentrations*. N. Gunde-Cimerman, A. Oren, & A. Plemenitas, Eds 9th ed. Springer Heidelberg.
- Indonesia, S. N., & Nasional, B. S. (2017). Garam bahan baku untuk industri garam beryodium.
- Javor, B. J., 2002, Industrial microbiology of solar salt production, *J. of Industrial Microbiology & Biotechnology* 28(1): 42–47.
- Jehlicka, J., Edwards, H. G. M., Osterrothova, K., Novotna, J., Nedbalova, L., Kopecky, J., Oren, A., 2017, Potential and limits of Raman spectroscopy for Carotenoid detection in microorganisms: implications for astrobiology, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 372(2030): 20140199–20140199.
- Klein, B. C., Walter, C., Lange, H. A., & Buchholz, R., 2012, Microalgae as natural sources for antioxidative compounds, *J. of Applied Phycology* 24(5):1133–1139.
- Klykov, S. P., Skladnev, A. D., & Kurakov, V. V., 2012, A model of energy limitation and population structuring to estimate phototrophic growth of industrially significant *Halobacterium salinarum* strains, *International Research Journal of Biochemistry and Bioinformatics* 2(5): 109–121.
- Kunte, H. J., Trüper, H. G., & Stan-lotter, H., 2004, Halophilic Microorganisms, *Water*, (7): 185–199.
- Kushner, D. J ,1966, Mass Culture of Red Halophilic Bacteria, *Biotechnology and Bioengineering* 245 (8981): 237–245.
- Lopez-Cortes, A., & Ochoa, J. L., 1998, The biological significance of Halobacteria on nucleation and sodium chloride crystal growth, *Surface Science and Catalysis* (120): 903–923.
- Mani, K., Salgaonkar, B. B., & Braganca, J. M., 2012, Culturable halophilic archaea at the initial and crystallization stages of salt production in a natural solar saltern of Goa , India, *Aquatic Biosystems* 8(15):1–8.
- Mani, K., Salgaonkar, B. B., Das, D., & Bragança, J. M., 2012, Community solar salt production in Goa, India. *Aquatic Biosystems*, 8(1): 30.
- Marihati, Harihastuti, N., Muryati, Nilawati, Eddy, S., & Hermawan, Danny, W., 2014, Penggunaan bakteri Halofilik sebagai biokatalisator untuk meningkatkan kualitas dan produktifitas garam NaCl di meja kristalisasi, *J. Riset Industri*, 8(3): 191–196.
- Marihati, Nilawati, Malik, R. A., & Basir, 2016, Penyediaan isolat dan identifikasi bakteri halofilik dari bittern untuk starter proses pembuatan garam rakyat, Laporan Teknis. Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri. Kementerian Perindustrian. Semarang.

- Naziri, D., Hamidi, M., Hassanzadeh, S., Tarhriz, V., & Zanjani, B. M., 2014, Analysis of Carotenoid production by Halorubrum sp . TBZ126; an extremely Halophilic Archeon from Urmia lake. Advanced Pharmaceutical Bulletin 4(1): 61–67.
- Nilawati dan Marihati, 2017, Daur ulang limbah cair Ikm garam beryodium di unit pencucian garam bahan baku. Prosiding Seminar Nasional Teknologi Industri Hijau 2. Peran Teknologi Ramah Lingkungan untuk Mendukung Industri Hijau. Vol. 1 No. 1, Agustus 2017. ISSN : 2549-9432. Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri. Kemenperin RI.
- Oren, A., 1994, The ecology of the extremely halophilic archaea, FEMS Microbiology Reviews 13: 415–439.
- Oren, A., 2010, Thoughts on the “Missing Link” Between Saltworks Biology and Solar Salt Quality, Global Nest Journal 12(4): 417–425.
- Roberts, M. F., Galinski, E., Martin, D., Ciulla, R., Roberts, M., Roberts, M., Brown, A. , 2005, Organic compatible solutes of halotolerant and halophilic microorganisms, Saline Systems 1(1):5.
- Rocha, R. D. M., Costa, D. F. S., Lucena-filho, M. A., Bezerra, R. M., Medeiros, D. H. M., Azevedo-silva, A. M., Xavier-filho, L., 2012, Brazilian solar saltworks - ancient uses and future possibilities, Aquatic Biosystems 8(8):1–6.
- Rodrigo-Baños, M., Garbayo, I., Vílchez, C., Bonete, M. J., & Martínez-Espinosa, R. M., 2015, Carotenoids from Haloarchaea and their potential in biotechnology. Marine Drugs 13(9): 5508–5532.
- Schneegurt, M. A., 2012, Advances in understanding the biology of Halophilic microorganisms in *advances in understanding the biology of Halophilic microorganism* (pp. 35–58)
- Sedivy, V. M., 2009, Environmental Balance of Salt Production speaks in favour of Solar Saltworks, Global NEST Journal 11(1): 41–48.
- Shivanand, P., & Mugeraya, G., 2011, Halophilic bacteria and their compatible solutes -osmoregulation and potential applications, Current Science 100(10): 1516–1521.
- Sundaresan, S., Ponnuchamy, K., & Abdul, R., 2006, Biological management of sambhar lake saltworks (rajasthan, india), Managing (October):20–22.
- Ventosa, A., & Oren, A., 2011, *Halophiles and Hypersaline Environments*. (Y. Ma, Ed.). Springer Heidelberg.
- Waditee-Sirisattha, R., Kageyama, H., & Takabe, T., 2016, Halophilic microorganism resources and their applications in industrial and environmental biotechnology, AIMS Microbiology 2(1):42–54.
- Yang, Y., Cui, H. L., Zhou, P. J., & Liu, S. J., 2007, Haloarcula amylolytica sp. nov., an extremely Halophilic Archaeon isolated from Aibi salt lake in Xin-Jiang, China, International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology 57(1): 103–106.
- Yatsunami, R., Ando, A., Yang, Y., Takaichi, S., Kohno, M., Matsumura, Y., Nakamura, S., 2014, Identification of carotenoids from the extremely Halophilic Archaeon *Haloarcula Japonica*, Frontiers in Microbiology (5): 1–5.
- Yeannes, Miaria, I., Ameztoy, Irene, M., Ramirez, Elida, E., & Felix, Monica, M. (2011). Culture alternative medium for the growth of extreme halophilic bacteria in fish products, Food Science 31(3): 561–566.



Vol. 8 No. 2 (2017) 55-66

**Jurnal Riset
Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri**

Journal homepage : ejournal.kemenperin.go.id/jrtppi

**Kementerian
Perindustrian**
REPUBLIK INDONESIA

Pengaruh aktivasi karbon aktif dari tandan kosong kelapa sawit terhadap adsorpsi kadmium terlarut

The effect activation of activated carbon from oil palm empty fruit bunches to dissolved cadmium adsorption

Nida Sopiah*, Djoko Prasetyo, Dwindrata B Aviantara

Balai Teknologi Pengolahan Air dan Limbah, Kedeputan TPSA, BPPT. Gedung 820 (Geostek) Kawasan Puspitek, Serpong, Tangerang Selatan, Banten 15314, Indonesia

INFO ARTIKEL

Sejarah Artikel :

Diterima 08 Maret 2017

Direvisi 27 Mei 2017

Disetujui 29 Mei 2017

Dipublikasikan online

21 November 2017

Keywords :

Oil palm empty fruit bunches (OPEFB)

Activated carbon

Adsorbent

ABSTRAK

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) merupakan biomaterial yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan dasar karbon aktif. Adanya lignoselulosa sebesar 55-60% memungkinkan untuk dikarbonisasi dan diaktivasi menjadi adsorben logam berat. Pada penelitian ini C-aktif dari tandan kosong kelapa sawit dikarbonisasi pada suhu 300°C, 350°C dan 400°C selama 60 menit, dilanjutkan dengan aktivasi kimia C-aktif menggunakan natrium asetat 1N, amonium klorida 1N dan amonium sulfat 1N selama 60 menit. Masing-masing dengan dua perlakuan, yaitu aktivasi dengan pemanasan pada suhu 120°C selama 60 menit dan aktivasi tanpa pemanasan. Uji adsorpsi C-aktif dilakukan terhadap larutan kadmium dengan rasio sebesar 1:15 (b:v). Hasil penelitian menunjukkan bahwa C-aktif yang diaktivasi menggunakan natrium asetat 1 N memberikan kemampuan adsorpsi yang paling baik dibandingkan ammonium klorida dan ammonium sulfat. Aktivasi kimia C-aktif yang dikarbonisasi pada suhu 350°C dan diaktivasi menggunakan natrium asetat pada suhu ambien mampu mengadsorpsi kadmium terlarut sebesar 99,3% (b/v) dan 96,51% (b/v) pada suhu karbonisasi 300°C. Sedangkan aktivasi C-aktif yang dikarbonisasi pada suhu 350°C dengan pemanasan 120°C selama 60 menit mampu mengadsorpsi kadmium terlarut sebesar 100% (b/v).

ABSTRACT

Oil Palm Empty Fruit Bunches (OPEFB) are biomaterials that have potential to be developed as a raw material for activated carbon. OPEFB consists of 55-60% lignocellulose which is can be utilized as an adsorbent to treat heavy metals. In this study the activated carbon from OPEFB was prepared by carbonization at 300, 350 and 400°C for 60 minutes followed by chemical activation using sodium acetate 1N, ammonium chloride 1N and ammonium sulfate 1N with heating temperatures at 120°C for 60 minutes and ambient temperature respectively. The formed adsorbents were tested by using 1:15 ratio (w/v) to adsorb the dissolved cadmium. The results showed that activated carbon which was activated by using sodium acetate 1N had the highest adsorption compared to ammonium chloride 1N and ammonium sulfate 1N. Activated carbon which was treated at ambient temperature by using sodium acetate 1N had adsorption of dissolved cadmium in amount of 99.3% (w/v) at 350°C and 96.51% (w/v) at 300°C, whilst by heating temperatures of 120°C for 60 minutes, its adsorption of dissolved cadmium was 100% (w/v) at 350°C.

*Alamat korepondensi :

E-mail : nidasusetyo@gmail.com (N. Sopiah)

Telp.

doi : <https://10.21771/jrtppi.2017.v8.no.2.p55-66>

2503-5010/2087-0965© 2017 Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri-BBTPPI (JRTPPPI-BBTPPI).

This is an open acces article under the CC BY-NC-SA license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>).

Accreditation number : (LIPI) 756/Akred/P2MI-LIPI/08/2016

1. PENDAHULUAN

Tandan kosong kelapa sawit merupakan limbah utama berlignoselulosa yang belum dimanfaatkan secara optimal, sehingga banyak tandan kosong yang dibiarkan begitu saja tanpa ada proses pengolahan. TKKS yang tidak tertangani ini menyebabkan bau busuk dan menjadi tempat bersarangnya serangga lalat sehingga dianggap sebagai limbah yang dapat mencemari lingkungan dan menyebarkan bibit penyakit (Rahmalia dkk., 2015; Gaol dkk., 2013). Tandan kosong kelapa sawit merupakan 23 persen dari tandan buah segar yang mengandung bahan lignoselulosa sebesar 55-60% berat kering. Lignoselulosa merupakan komponen utama penyusun TKKS yang memiliki kemampuan mengadsorpsi logam berat karena mengandung gugus-gugus aktif seperti $-OH$ dan $-COOH$ (Rahmalia dkk., 2015; Hernández dkk., 2015).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa material yang mengandung lignoselulosa dapat dijadikan bahan prekursor pembuatan karbon aktif (C-aktif) (Kurniawan dkk., 2014; Wang dkk., 2010) dengan cara memodifikasi gugus fungsi pada lignoselulosa maka kemampuan adsorpsi dari C-aktif akan meningkat (Vennilamani dkk., 2005; Ngah dan Hanafiah, 2008). Selain senyawa yang berlignoselulosa, bahan lain yang berpotensi dijadikan sebagai adsorben adalah silika-kitosan (Ali dkk., 2013), limbah industri seperti *fly ash* (Javadian dkk., 2015), *blast furnace slag*, *black liquor lignin*, *red mud* dan *waste slurry* (Ahmaruzzaman, 2011).

Pada penelitian sebelumnya telah dipelajari pemanfaatan C-aktif untuk adsorpsi logam dalam air limbah (Tilaki dan Shariat, 2005; Piraján dan Giraldo, 2012; Barakat, 2011; Sankararamakrishnan dkk., 2008; Ahmaruzzaman, 2011), adsorpsi senyawa organik dalam air limbah (Ali dkk., 2012), adsorpsi metilen biru (Rafatullah dkk., 2010) dan adsorpsi fenol (Irma dkk., 2015).

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh aktivasi karbon aktif dari TKKS terhadap

kemampuan adsorpsi kadmium terlarut. Adapun bahan yang digunakan dalam aktivasi ini menggunakan tiga jenis aktivator yang berbeda yaitu natrium asetat, amonium klorida dan amonium sulfat. Pemilihan kadmium sebagai adsorbat yang digunakan karena kadmium mempunyai efek buruk terhadap lingkungan dan manusia, karena dapat mengakibatkan kanker payudara, gangguan pernafasan, gagal ginjal serta kematian.

2. METODE PENELITIAN

2.1. Alat dan Bahan

Bahan uji yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan tandan kosong kelapa sawit yang diperoleh dari Pabrik Kelapa Sawit PT. Kertajaya, Malingping Banten, aluminium foil, kertas whatman, *aquadest*, larutan natrium asetat (CH_3COONa) 1N, amonium klorida (NH_4Cl) 1N, amonium sulfat ($(NH_4)_2SO_4$) 1N, larutan standar kadmium 1000 ppm. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas kimia, *Atomic Absorption Spectrofotometer (AAS)* AA-6800 F, oven, *furnace*, pipet volumetrik, timbangan analitik dan pH meter.

2.2. Prosedur

2.2.1. Karbonisasi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Karbonisasi TKKS dilakukan dengan menimbang sebanyak 200 g TKKS, kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 250, 300, 350 dan 400°C selama 1 jam (penentuan waktu pemanasan ditetapkan berdasarkan lamanya waktu yang diperlukan terjadinya proses karbonisasi). Sebelum masuk ke dalam *furnace*, TKKS dibungkus dengan aluminium foil untuk mengisolasi udara yang masuk. Kemudian ditentukan persen kehilangan air TKKS setelah proses karbonisasi.

2.2.2. Aktivasi Arang Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Arang TKKS yang digunakan dalam proses aktivasi kimia adalah arang yang diperoleh dari hasil karbonisasi pada suhu 300, 350 dan 400°C sedangkan karbonisasi pada suhu 250°C tidak dilanjutkan ke proses aktivasi karena

proses karbonisasi belum sempurna. Larutan aktivator kimia yang digunakan adalah natrium asetat (CH_3COONa), amonium klorida (NH_4Cl) dan amonium sulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), masing-masing dengan konsentrasi 1 N.

Perbandingan campuran antara berat TKKS dan larutan aktivator adalah 1:15 (b/v). Perbandingan ini ditetapkan agar TKKS yang akan diaktivasi terendam sempurna dalam larutan aktivator. Aktivasi dilakukan dengan 2 perlakuan, yakni aktivasi dengan pemanasan pada suhu 120°C dan aktivasi tanpa pemanasan, dimana keduanya dilakukan dalam waktu 1 jam. Proses selanjutnya adalah filtrasi dan pencucian dengan *aquadest* beberapa kali untuk menghilangkan sisa dari garam. Kemudian arang tersebut dikeringkan dalam *oven* pada suhu 60°C dan ditimbang berat arang yang telah teraktivasi tersebut.

2.2.3. Adsorpsi Kadmium Terlarut dengan C-aktif dari Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Sebanyak satu gram C-aktif TKKS dimasukan ke dalam *beaker* yang berisi 15 ml larutan logam kadmium $25 \mu\text{g/mL}$ dan didiamkan selama 1 jam. Kemudian disaring dan filtrat hasil penyaringannya dianalisa menggunakan *Atomic Absorption Spectrofotometer (AAS)* pada panjang gelombang $228,71 \text{ nm}$. Nilai absorbansinya yang diperoleh berada dalam rentang nilai kurva kalibrasi larutan baku sehingga konsentrasi kadmium dalam larutan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan garis regresinya. Besar daya serap C-aktif terhadap logam kadmium dapat dihitung dalam bentuk persen menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Daya serap C-aktif}_{\text{TKKS}} (\%) = \frac{C_b - C_a}{C_b} \times 100\%$$

Keterangan:

C_a = konsentrasi larutan kadmium setelah diadsorpsi C-aktif TKKS ($\mu\text{g/mL}$);

C_b = konsentrasi sebelum dilakukan proses adsorpsi (blanko) ($\mu\text{g/mL}$).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Karbonisasi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Tandan kosong kelapa sawit sebagai bahan dasar pembuatan karbon aktif sebelum dilakukan proses karbonisasi terlebih dahulu dilakukan proses pengeringan secara alami, dengan cara diangin-anginkan di udara terbuka sampai diperoleh tandan kosong dengan kadar air kurang dari 5%. Tahap selanjutnya adalah proses karbonisasi yang dilakukan di dalam *furnace*. Suhu karbonisasi atau pengarangan sangat menentukan kualitas karbon aktif yang akan dijadikan sebagai bio adsorben. Pada proses karbonisasi ini dilakukan beberapa variasi suhu yang digunakan dalam proses pemanasannya yaitu suhu 250, 300, 350 dan 400°C .

Karbon aktif yang dihasilkan melalui proses penghilangan kadar air (dehidrasi) dari bahan baku, dilanjutkan dengan proses karbonisasi dan diakhiri dengan proses aktivasi akan diperoleh karbon aktif yang memiliki struktur yang sangat berpori dengan luas permukaan antara 600 sampai $2000 \text{ m}^2/\text{g}$. Karbon aktif dengan karakteristik seperti ini dapat dimanfaatkan sebagai multi-adsorben seperti adsorben untuk ion logam, anion, pewarna, fenol, deterjen, pestisida, senyawa humat, hidrokarbon terklorinasi dan senyawa kimia lainnya (Bhatnagar dan Sillanpää, 2010). Dari hasil proses karbonisasi ini didapatkan *rendemen* arang TKKS seperti pada Tabel 1.

Dari tabel 2 dapat dilihat bahwa waktu pemanasan sangat menentukan *rendemen* dari arang yang dihasilkan. Pada pemanasan dengan suhu 250°C , *rendemen* yang dihasilkan sebanyak 70%, naiknya suhu pemanasan pada proses karbonisasi akan menghasilkan *rendemen* yang lebih rendah. Menurunnya *rendemen* yang dihasilkan dengan naiknya suhu pemanasan dapat disebabkan karena dengan adanya kenaikan suhu maka energi pemutusan ikatan antar molekul dalam senyawa lignoselulosa akan semakin besar, dan dengan adanya energi tersebut maka akan terbentuk senyawa-senyawa *volatile* yang mudah menguap, hal ini nampak terlihat dari terbentuknya asap yang keluar dari *furnace*.

Tabel 1. *Rendemen* Arang yang Dihasilkan dari Proses Karbonisasi TKKS

Suhu (°C)	Bobot Awal TKKS (g)	Bobot Akhir TKKS (g)	Bobot Kehilangan (g)	Persentase Kehilangan (%)	<i>Rendemen</i> Arang (%)
250	200	140	60	30	70
300	200	115	85	42	58
350	200	80	120	60	40
400	200	60	140	70	30

Secara teoritis kadar selulosa dan hemiselulosa pada tandan kosong kelapa sawit adalah sebesar 36,81 dan 27,01%, dimana selulosa maupun hemiselulosa merupakan senyawa organik yang tersusun dari senyawa-senyawa hidrokarbon (C-H) dan memiliki gugus hidroksil (-OH) (Gaol dkk., 2013). Proses karbonisasi akan menyisakan unsur karbon saja.

Pada proses karbonisasi dengan suhu 250°C terjadi perubahan warna TKKS dari coklat menjadi coklat kehitaman sampai hitam. Arang yang dihasilkan pada suhu ini belum terbentuk secara merata bahkan masih ada bagian yang belum menjadi arang, sehingga dapat dikatakan bahwa pada suhu tersebut proses karbonisasi belum terjadi secara sempurna. Dengan demikian karbonisasi pada suhu 250°C tidak dilanjutkan ke proses selanjutnya. Aktivasi menggunakan 3 garam hanya dilakukan untuk arang TKKS yang dikarbonisasi pada suhu 300°C, 350°C dan 400°C.

3.2. Aktivasi Tandan Kosong Kelapa Sawit

Karbon aktif adalah bahan berupa karbon bebas yang masing-masing berikatan secara kovalen atau arang yang telah dibuat dan diolah secara khusus melalui proses aktivasi, sehingga pori-porinya terbuka dan dengan demikian mempunyai daya serap yang besar terhadap zat-zat lainnya, baik dalam fase cair maupun dalam fase gas. Pada proses karbonisasi masih dihasilkan karbon dengan pori-pori yang kecil dan berkerut. Proses karbonisasi akan menghasilkan produk dekomposisi bahan-bahan penyusun organik yang dapat menutupi pori-pori sampel sehingga luas permukaan spesifik relatif rendah (Rahmalia dkk.,

2015). Dengan ini, maka perlu adanya suatu bahan pengaktivasi untuk memperbesar luas permukaan karbon aktif.

Proses aktivasi mampu mengembangkan struktur pori dengan cara membuka pori yang tertutup tar maupun karbon amorf dan juga membentuk pori baru oleh adanya dekomposisi thermal, sehingga secara tidak langsung berpengaruh pada berat jenis yang dihasilkan. Luas permukaan ini menunjukkan berkembangnya struktur pori dari karbon aktif sehingga menghasilkan berat jenis yang terkecil.

Pada umumnya karbon aktif digunakan sebagai adsorben mempunyai luas permukaan berkisar antara 300-3500 m²/gram dan ini berhubungan dengan struktur pori internal yang menyebabkan arang aktif mempunyai sifat sebagai adsorben. Karbon aktif dapat mengadsorpsi gas dan senyawa-senyawa kimia tertentu atau sifat adsorbsinya selektif, tergantung besar atau volume pori-pori dan luas permukaan. Daya serap karbon aktif sangat besar, yaitu 25-1000% terhadap berat karbon aktif. Kemampuan adsorpsi C-aktif ditentukan oleh jenis bahan kimia yang digunakan. Adapun bahan-bahan kimia yang dapat digunakan sebagai aktivator adalah hidroksida logam alkali garam-garam karbonat, klorida, sulfat, fosfat dari logam alkali tanah dan khususnya ZnCl₂, asam-asam anorganik seperti H₂SO₄ dan H₃PO₄, dan uap air pada suhu tinggi (Kurniawan dkk., 2014).

Pada penelitian ini digunakan tiga macam zat pengaktivasi, yaitu natrium asetat (CH₃COONa), amonium klorida (NH₄Cl), amonium sulfat ((NH₄)₂SO₄) dengan konsentrasi masing-masing 1 N. Penggunaan 3

jenis bahan pengaktivasi ini didasari adanya pasangan elektron bebas yang dimiliki masing-masing garam, sehingga dengan terikatnya senyawa kimia tersebut pada C-aktif, maka akan mampu meningkatkan kemampuannya dalam mengadsorpsi logam. Arang TKKS yang diaktivasi lebih lanjut oleh ketiga garam tersebut berasal dari hasil karbonisasi pada suhu 300, 350 dan 400°C karena hanya pada hasil arang ketiga suhu inilah yang menghasilkan arang yang merata dari seluruh sampel TKKS.

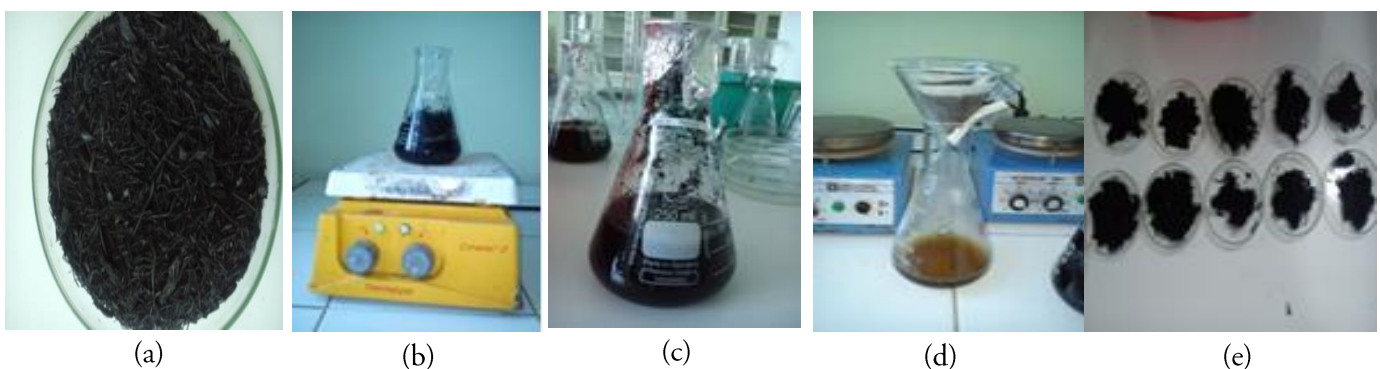
Proses aktivasi dilakukan dengan melakukan perendaman/aktivasi karbon aktif hasil karbonisasi ke dalam bahan pengaktivasi. Aktivasi ini dilangsungkan dalam 2 cara yang berbeda, yakni dengan menggunakan pemanasan pada suhu 120°C dan tanpa pemanasan dengan disertai proses pengadukan selama 1 jam pada kedua perlakuan tersebut. Proses selanjutnya adalah dilakukan penyaringan dan pencucian dengan *aquadest* beberapa kali untuk menghilangkan sisa garam bahan pengaktivasi pada C-aktif dan dilanjutkan dengan pengeringan dengan oven pada suhu 60°C. Berikut gambar 1 menunjukkan proses mulai dari karbonisasi sampai diperoleh C-aktif TKKS.

Aktivasi menggunakan larutan NH_4Cl , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dan CH_3COONa memungkinkan garam tersebut untuk melakukan penetrasi ke dalam sampel dan secara efektif mampu menghilangkan produk dekomposisi yang dihasilkan selama proses karbonisasi. Proses aktivasi yang dibantu oleh pemanasan akan mempercepat proses

penetrasi dan akan membuka pori-pori karbon yang tertutup sehingga dihasilkan luas permukaan yang relatif lebih tinggi (C-aktif) dibandingkan aktivasi yang dilakukan tanpa pemanasan.

Pemanasan dilakukan pada suhu 120°C dan dalam waktu 1 jam. Keadaan ini cukup efisien untuk menghasilkan karbon aktif yang mempunyai daya serap yang bagus terhadap logam berat. Pada proses aktivasi ini karbon bereaksi dengan bahan pengaktivasi (NH_4Cl , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ataupun CH_3COONa) sehingga akan membentuk pori-pori baru serta menghasilkan karbon dioksida yang berdifusi pada permukaan karbon. Struktur pori ini berhubungan dengan luas permukaan, semakin kecil pori-pori C-aktif, mengakibatkan luas permukaan semakin besar. Dengan demikian kecepatan adsorpsinya dapat bertambah. Selain struktur pori, adanya gugus fungsi yang terdapat pada permukaan karbon aktif sangat mempengaruhi daya adsorpsi suatu karbon aktif.

Proses selanjutnya yakni pencucian karbon aktif TKKS dengan *aquadest* beberapa kali agar sisa-sisa garam yang masih menempel di permukaan karbon aktif dapat dihilangkan. Pencucian dilakukan hingga pH karbon aktif TKKS menjadi netral. Karbon aktif TKKS yang telah netral dikeringkan dalam oven pada temperatur 60°C selama 24 jam untuk menguapkan airnya. Setelah pengeringan di oven didapatkan karbon aktif seperti pada Tabel 2.



Gambar 1. Proses Pembuatan Arang Aktif Termodifikasi, (a) arang tandan kosong kelapa sawit (TKKS); (b) aktivasi arang TKKS dengan pemanasan 120°C; (c) aktivasi arang TKKS tanpa pemanasan (suhu ruang); (d) penyaringan TKKS yang telah diaktivasi; (e) C-aktif TKKS hasil modifikasi menggunakan CH_3COONa , NH_4Cl , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

Tabel 2. Data Pengamatan Bobot C-Aktif TKKS Setelah Proses Aktivasi

Perlakuan Aktivasi	Suhu Karbonisasi (°C)	Bobot Sebelum Aktivasi (g)	Bobot C-Aktif Setelah Aktivasi (g)		
			NH ₄ Cl 1N	NH ₄ SO ₄ 1N	CH ₃ COONa 1N
Dengan Pemanasan	300	10	8,6	9,7	8,0
	350	10	9,1	11,6	7,8
	400	10	10,1	10,9	7,6
Tanpa Pemanasan	300	10	9,0	8,9	8,4
	350	10	9,2	9,4	7,2
	400	10	9,3	9,8	7,4

Tabel 3. Adsorpsi Kadmium (25 mg/L) oleh C-Aktif dari TKKS

Preparasi Karbon Aktif dari TKKS			Persentase Daya Serap Adsorpsi TKKS (%)
Perlakuan Aktivasi	Suhu Karbonisasi (°C)	Aktivator Kimia (1 N)	
Dengan Pemanasan	300	NH ₄ Cl	7,64
		NH ₄ SO ₄	24,00
		CH ₃ COONa	63,90
	350	NH ₄ Cl	-
		NH ₄ SO ₄	-
		CH ₃ COONa	100
	400	NH ₄ Cl	-
		NH ₄ SO ₄	-
		CH ₃ COONa	45,86
Tanpa Pemanasan	300	NH ₄ Cl	12,96
		NH ₄ SO ₄	20,75
		CH ₃ COONa	96,51
	350	NH ₄ Cl	31,07
		NH ₄ SO ₄	2,34
		CH ₃ COONa	99,31
	400	NH ₄ Cl	-
		NH ₄ SO ₄	-
		CH ₃ COONa	43,34



Gambar 2. Adsorpsi C-Aktif TKKS Terhadap Kadmium

Tabel 4. Hasil Analisis Statistika Anova: *Two-factor Without Replication*

<i>SUMMARY</i>	<i>Count</i>	<i>Sum</i>	<i>Average</i>	<i>Variance</i>
Dengan Pemanasan	3	95.54	31.84667	837.4745
	3	100	33.33333	3333.333
	3	45.86	15.28667	701.0465
Tanpa Pemanasan	3	130.22	43.40667	2130.144
	3	132.72	44.24	2480.882
	3	43.34	14.44667	626.1185
Metode				
CH ₃ COONa	6	448.92	74.82	730.6334
NH ₄ Cl	6	51.67	8.611667	149.3423
NH ₂ SO ₄	6	47.09	7.848333	128.492

Dari data yang disajikan pada tabel 2, aktivasi dengan NH₄Cl baik dengan perlakuan pemanasan ataupun tidak, bobot C-aktif setelah diaktivasi mengalami kenaikan seiring dengan naiknya suhu karbonisasi, begitu juga pada arang TKKS yang diaktivasi dengan (NH₄)₂SO₄ baik tanpa maupun dengan pemanasan mengalami kenaikan bobot C-aktifnya. Pemanasan karbonisasi pada suhu 400°C akan menghasilkan arang dengan pori-pori yang lebih besar. Kadar air (pengotor) yang terdapat pada permukaan arang TKKS dan senyawa-senyawa *volatile* yang masih ada dapat hilang selama proses pemanasan. Selain itu, proses aktivasi ini juga menghilangkan beberapa atom karbon menjadi gas CO₂ yang ikut keluar. Dengan terbukanya pori-pori tersebut memungkinkan terjadinya reaksi antara aktivator dan arang TKKS ini, sehingga menyebabkan bobot dari C-aktif yang dihasilkan oleh proses karbonisasi pada suhu lebih tinggi akan lebih besar. Namun C-aktif yang diaktivasi dengan CH₃COONa justru banyak mengalami penurunan bobot setelah diaktivasi. Kemungkinan besar ini disebabkan teroksidasinya senyawa karbon pada reaksi tersebut membentuk CO₂.

3.3 Proses Adsorpsi

Daya adsorpsi karbon aktif disebabkan karena karbon mempunyai pori-pori dalam jumlah besar dan

adsorpsi akan terjadi karena adanya perbedaan energi potensial antara permukaan karbon dan zat yang diserap. Karbon merupakan bahan padat berpori dan umumnya diperoleh dari hasil pembakaran kayu atau bahan yang mengandung unsur karbon. Umumnya karbon mempunyai daya adsorpsi yang rendah terhadap zat warna dan daya adsorpsi tersebut dapat diperbesar dengan cara mengaktifkan karbon menggunakan uap atau bahan kimia (Kurniawan dkk., 2014).

Aktivasi kimia pada C-aktif dari TKKS ini dilakukan secara kimia menggunakan garam NH₄Cl, (NH₄)₂SO₄ dan CH₃COONa. Dalam menentukan jenis garam yang paling efektif yang digunakan sebagai bahan pengaktivasi, dilakukan pengujian proses adsorpsi terhadap larutan kadmium 25 ppm, dengan rasio C-aktif terhadap volume larutan 1:15 (b/v). C-aktif dari TKKS dari setiap jenis suhu karbonisasi diuji kemampuan daya adsorpsinya. Masing-masing adsorpsi dilakukan selama 1 jam. Pengukuran daya adsorpsi dari C-aktif TKKS dilakukan menggunakan alat AAS dengan cara mengukur kadar awal sebelum adsorpsi dan kadar akhir setelah adsorpsi.

Hasil dari adsorpsi kadmium oleh C-aktif dari tandan kosong kelapa sawit disajikan dalam Tabel 3. Pada adsorpsi kadmium oleh C-aktif dari TKKS yang diaktivasi oleh NH₄Cl maupun NH₄SO₄, baik dengan perlakuan

pemanasan ataupun tidak, kemampuan daya adsorpsinya terhadap kadmium masing-masing kurang dari 32%, pada ke-3 suhu karbonisasi. Sedangkan C-aktif dari TKKS yang diaktivasi menggunakan CH_3COONa memberikan hasil yang cukup signifikan dalam menjerat kadmium dibandingkan dengan kedua garam yang lainnya. C-aktif dari TKKS diaktivasi CH_3COONa dapat mengadsorpsi kadmium hingga mendekati 100%. Pada TKKS yang dikarbonisasi pada suhu 350°C baik dengan bantuan pemanasan ataupun tanpa pemanasan, mampu mengadsorpsi masing-masing sebesar 100% dan 99,31%. Sedangkan C-aktif TKKS yang dihasilkan dari proses karbonisasi pada suhu 300°C yang diaktivasi tanpa pemanasan mempunyai kemampuan adsorpsi sebesar 96,51%.

3.4 Uji Statistika

Berdasarkan hasil uji statistika *ANOVA* untuk kelompok pengaruh faktor perlakuan pemanasan dan tanpa pemanasan pada aktivasi kimia, dengan tingkat signifikansi (α) 5%, diperoleh hasil distribusi F_{tabel} dengan $df_1 = 5$ dan $df_2 = 10$, didapat nilai F_{tabel} sebesar 3,326; dan F_{hitung} diperoleh nilai sebesar 2,067; dengan nilai probabilitas 0,154. Karena nilai F_{hitung} lebih kecil dari nilai F_{tabel} ($2,067 < 3,326$) dengan probabilitas $> 0,05$, maka hipotesis (H_0) diterima, artinya pengaruh perlakuan pemanasan pada proses pembuatan C-aktif tandan kosong kelapa sawit tidak berbeda nyata baik aktivasi menggunakan pemanasan maupun tidak terhadap C-aktif tandan kosong kelapa sawit yang dihasilkan. Sedangkan pengaruh perlakuan bahan aktivasi kimia yang digunakan dalam proses pembuatan C-aktif tandan kosong kelapa

sawit sangat berpengaruh nyata, hal ini terlihat dari hasil uji statistika, F_{tabel} dengan $df_1 = 2$ dan $df_2 = 10$ didapat nilai F_{tabel} sebesar 4,103; dan F_{hitung} diperoleh nilai sebesar 35,77; dengan nilai probabilitas $2,77 \times 10^{-5}$. Karena nilai F_{hitung} lebih besar dari nilai F_{tabel} ($35,77 > 4,103$) dengan probabilitas $< 0,05$, maka hipotesis (H_0) ditolak, artinya pengaruh garam yang digunakan dalam aktivasi arang tandan kosong kelapa sawit sangat berbeda nyata terhadap C-aktif tandan kosong kelapa sawit yang dihasilkan.

4. KESIMPULAN

Adsorpsi kadmium oleh C-aktif dari Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) yang dikarbonisasi pada suhu 350°C dan diaktivasi menggunakan natrium asetat 1 N, mempunyai efektifitas adsorpsi paling besar dibandingkan dengan C-aktif dari TKKS yang dihasilkan dari proses karbonisasi pada suhu 300°C maupun 400°C . Uji statistika *ANOVA*, menunjukkan bahwa pengaruh pemanasan dalam pembuatan C-aktif tidak berbeda nyata terhadap kemampuan adsorpsi dari C-aktif dalam mengadsorpsi kadmium, sedangkan penggunaan garam dalam mengaktivasi arang tandan kosong kelapa sawit sangat berpengaruh nyata terhadap C-aktif yang dihasilkan.

C-aktif dengan karbonisasi pada suhu 350°C dengan aktivasi natrium asetat pada suhu 120°C dapat mengadsorpsi sampai 100%, sedangkan aktivasi tanpa pemanasan dapat mengadsorpsi sebesar 99,31% untuk C-aktif dengan karbonisasi pada suhu 300°C dan aktivasi tanpa pemanasan dapat mengadsorpsi sebesar 96,51%.

Tabel 5. *Analysis of Variance (ANOVA)*

Source of Variation	SS	df	MS	F_{hitung}	P-value	F_{Tabel}
Rows	2563.0011	5	512.6002	2.067489	0.153665	3.325835
Columns	17738.66	2	8869.33	35.77299	2.77E-05	4.102821
Error	2479.3373	10	247.9337			
Total	22780.999	17				

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kepala Balai Teknologi Pengolahan Air dan Limbah (BTPAL) - BPPT yang telah mendukung kegiatan penelitian remediasi lingkungan, Kepala Laboratorium Analitik - BTPAL yang telah memfasilitasi sarana dan prasarana penggunaan alat *Atomic Absorption Spectrofotometer (AAS)* AA-6800 F dan rekan-rekan BTPAL atas dukungannya selama ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmaruzzaman M., 2011, Industrial wastes as low-cost potential adsorbents for the treatment of wastewater Laden with heavy metals, *Advances in Colloid and Interface Science* 166(1–2):36–59.
- Ali I., Asim M., Khan TA., 2012, Low cost adsorbents for the removal of organic pollutants from wastewater, *Journal of Environmental Management* 113:170–183.
- Ali M., Mulyasuryani A., Sabarudin A., 2013, Adsorption of cadmium by silica chitosan, *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research* 2(2):62–66.
- Barakat MA., 2011, New trends in removing heavy metals from industrial wastewater, *Arabian Journal of Chemistry* 4(4):361–377.
- Beltrán-Hernández RI., Vázquez-Rodríguez GA., Juárez-Santillán LF., Martínez-Ugalde I., Coronel-Olivares C., Lucho-Constantino CA., 2015, Cadmium removal from aqueous systems using *Opuntia Albicarpa* L. Scheinvar as biosorbent, *BioMed Research International* 2015:1–6.
- Bhatnagar A., Sillanpää M., 2010, Utilization of agro-industrial and municipal waste materials as potential adsorbents for water treatment-A review, *Chemical Engineering Journal* 157(2–3):277–296.
- Irma KN., Wahyuni N., Zaharah TA., 2015, Adsorpsi fenol menggunakan adsorben karbon aktif dengan metode kolom, *JKK* 4(1):17–21.
- Javadian H., Ghorbani F., Tayebi H., Hosseini Asl S., 2015, Study of the adsorption of Cd (II) from aqueous solution using zeolite-based geopolymer, synthesized from coal fly ash; kinetic, isotherm and thermodynamic studies, *Arabian Journal of Chemistry* 8:837–849.
- Kurniawan R, Mustofa Lutfi WAN., 2014, Karakterisasi luas permukaan BET (Braunanear, Emmelt dan Teller) karbon aktif dari tempurung kelapa dan tandan kosong kelapa sawit dengan aktivasi asam fosfat, *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis dan Biosistem* 2(1):15–20.
- Lumban Gaol MR., Roganda S., Yanthi S., Indra S., Renita M., 2013, Pembuatan selulosa asetat dari α -selulosa tandan kosong kelapa sawit, *Jurnal Teknik Kimia* 2(3), 33–39.
- Moreno-Piraján JC., Giraldo L., 2012, Heavy metal ions adsorption from wastewater using activated carbon from orange peel, *E-Journal of Chemistry* 9(2):926–937.
- 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):70–80.
- Rahmalia W., Yulistira F., Ningrum J., Qurbaniah M., Ismadi M., 2015, Pemanfaatan potensi tandan kosong kelapa sawit (*Elais guineensis* Jacq) sebagai bahan dasar C-aktif untuk adsorpsi logam perak dalam larutan, *PKMP* 3(13):1–10.
- Sankaramakrishnan N., Kumar P., Singh Chauhan V., 2008, Modeling fixed bed column for cadmium removal from electroplating wastewater, *Separation and Purification Technology* 63(1):213–219.
- Tilaki RAD., Shariat M., 2005, A study on the removal of cadmium from water environment by biological activated carbon, *Journal of Mazandaran University of Medical Sciences* 15(45):22–30.
- Vennilamani N., Kadirvelu K., Sameena Y., Pattabhi S., 2005, Utilization of activated carbon prepared from industrial solid waste for the removal of chromium(VI) ions from synthetic solution and industrial effluent, *Adsorption Science & Technology* 23(2):145–160.
- Wan Ngh WS., Hanafiah MAKM., 2008, Removal of

heavy metal ions from wastewater by chemically modified plant wastes as adsorbents: A review, *Bioresource Technology* 99(10):3935–3948.

Wang FY., Wang H., Ma JW., 2010, Adsorption of cadmium (II) ions from aqueous solution by a new low-cost adsorbent--bamboo charcoal, *Journal of Hazardous Materials* 177(1–3):300–306.



Vol. 8 No. 2 (2017) 67-75

Jurnal Riset
Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Journal homepage : ejournal.kemenperin.go.id/jrtppi

Kementerian
Perindustrian
REPUBLIK INDONESIA

Pengolahan air limbah tekstil berbasis ozonisasi katalitik dengan katalis besi(III) oksida (Fe_2O_3) dan aluminium oksida (Al_2O_3) menggunakan difuser mikro

Treatment of textile waste water based catalytic ozonation with iron (III) oxide (Fe_2O_3) and aluminum oxide (Al_2O_3) catalysts using micro diffuser

Rame*, Agus Purwanto, Agung Budiarto

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, Jl. Ki Mangunsarkoro No 6 PO Box: 829, Semarang 50136, Indonesia

INFO ARTIKEL

Sejarah Artikel :

Diterima 25 April 2017

Direvisi 27 Mei 2017

Disetujui 05 Juni 2017

Dipublikasikan online

21 November 2017

Keywords :

Catalytic ozonation

Fe_2O_3

Al_2O_3

Micro diffuser

ABSTRAK

Proses oksidasi lanjut (AOP) merupakan teknologi pengolahan air limbah industri tekstil yang sangat potensial. Kelemahan teknologi ini adalah pemakaian H_2O_2 yang berimplikasi pada biaya operasional dan peningkatan kadar keasaman. Teknologi ozonisasi katalitik terintegrasi katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 dengan difuser mikro adalah alternatif solusi yang murah dan efisien. Ozonisasi katalitik dilakukan dengan variasi dosis katalis 500 g, 1000 g, 1500 g dan flow ozon 1, 2, 3, 4 L/menit dengan volume air limbah 20 L. Optimalisasi proses ozonisasi katalitik dilakukan melalui variasi waktu kontak. Kinerja fungsi katalis diukur berdasarkan umur pemakaian. Indikator kinerja reaktor diukur dengan parameter warna, suhu, TSS, COD dan BOD_5 . Kondisi ozonisasi katalitik terbaik dicapai pada dosis katalis 1000 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 , waktu ozonisasi katalitik 20 menit dengan flow ozon 2 L/menit.

ABSTRACT

The advanced oxidation process (AOP) is a potential wastewater treatment technology for the textile industry. The weakness of this technology is the use of H_2O_2 which has implications on operational costs and increased acidity levels. The integrated catalytic ozonation technology of Fe_2O_3 and Al_2O_3 catalysts with micro diffuser is a cheap and efficient solution alternative. The catalytic ozonation was carried out by variation of catalyst dose 500 g, 1000 g, 1500 g and ozone flow 1, 2, 3, 4 L/min with the volume of wastewater 20 L. Optimization of catalytic ozonation process was done through variation of contact time. The performance of catalyst function is measured by usage life. Reactor performance indicators are measured by color, temperature, TSS, COD and BOD_5 parameters. The best catalytic ozonation conditions for the dose of 1000 g Fe_2O_3 and Al_2O_3 , catalytic ozonation time of 20 minutes with ozone flow 2 L / min.

1. PENDAHULUAN

Industri Tekstil dan Produk Tekstil (TPT) merupakan salah satu sektor strategis yang terus

memberikan kontribusi cukup besar terhadap perekonomian nasional, diantaranya sebagai penyumbang devisa ekspor non migas, penyerapan tenaga kerja dan pemenuhan kebutuhan dalam negeri. Data Kementerian

*Alamat korepondensi :

E-mail : rame@kemenperin.go.id (Rame)

Telp. +628157776136

doi : <https://doi.org/10.21771/jrtppi.2017.v8.no.2.p67-72>

2503-5010/2087-0965© 2017 Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri-BBTPPI (JRTPPi-BBTPPI).

This is an open access article under the CC BY-NC-SA license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>).

Accreditation number : (LIPI) 756/Akred/P2MI-LIPI/08/2016

Perindustrian (Kemenperin) menyebutkan, Februari 2016, nilai ekspor TPT naik sebesar 6,81% jika dibandingkan Januari 2016. Industri TPT merupakan industri padat karya yang mampu menyerap tenaga kerja sebanyak 1,5 juta orang atau sekitar 10,36% dari tenaga kerja di sektor industri manufaktur (Kementerian Perindustrian, 2016).

Industri tekstil menghasilkan limbah industri yang berpotensi mencemari lingkungan. Limbah tersebut bervariasi tergantung dari jenis dan besar kecilnya industri, pengawasan pada proses industri, derajat penggunaan air dan derajat pengolahan air limbah yang ada. Industri tekstil umumnya telah melakukan upaya pengelolaan lingkungan dengan melakukan pengolahan limbah. Instalasi pengolah limbah memerlukan biaya yang tidak sedikit dan selanjutnya pihak industri juga harus mengeluarkan biaya operasional agar *effluent* IPAL dapat memenuhi baku mutu sesuai Peraturan Daerah Propinsi Jawa Tengah No. 5 Tahun 2012 tentang Baku Mutu Limbah dan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah.

Pengembangan pengolahan air limbah industri tekstil telah dilakukan dengan menggunakan teknologi pengolahan secara biologis, fisika, kimia atau kombinasi dari unsur-unsur tersebut. Beberapa teknologi proses pengolahan air limbah industri tekstil yang sering digunakan antara lain: proses lumpur aktif (*activated sludge process*) (Moertinah dkk., 2010), reaktor putar biologis (*rotating biological contactor*, RBC), proses aerasi kontak (*contact aeration process*), proses dengan biofilter “*Up Flow*”, biofilter anaerob-aerob dan elektrokatalitik (Mukimin, 2015). Beberapa teknologi basis elektrokimia (Marlena dkk., 2012), fotokatalitik (Syahroni, 2015) dan kombinasi katalitik kimia (Tran-Truong dkk., 2016) masih terus dikembangkan di industri.

Air limbah industri tekstil yang dihasilkan dari proses produksi di pabrik tekstil memiliki jenis dan konsentrasi cemar yang berbeda-beda termasuk warna yang menghambat proses penguraian di lingkungan. Metode penguraian secara biologis konvensional kurang efektif karena rendahnya rasio nilai *biological oxygen demand* (BOD) dan *chemical oxygen demand* (COD). Tingginya

biaya operasional dan komponen *non-biodegradable* dalam air limbah industri tekstil mendorong banyak penelitian untuk mencari metode alternatif seperti adsorpsi, proses imobilisasi mikroba (Handayani, 2016), oksidasi kimia termasuk ozonisasi (Syafarudin, 2013) dan proses oksidasi lanjutan lainnya seperti ozonisasi katalitik (Horden, 2003; Climent dkk., 2017; Fast dkk., 2017; Guzman dkk., 2017).

Ozon sebagai salah satu oksidan kimia yang cukup potensial telah digunakan untuk menghilangkan warna dari air limbah (Smith, 1994). Selama ozonisasi pada air limbah, ozon akan menyerang ikatan tak jenuh dari khromofor yang mengakibatkan penghilangan warna dengan cepat. Ozon dapat mengurai molekul organik kompleks menjadi molekul yang lebih kecil seperti asam organik, aldehid dan keton (Gottschalk, 2010).

Namun ozonisasi saja tidak cukup untuk mengurai secara total terhadap hasil samping proses ozonisasi (Ichikawa dkk., 2014). Kesulitan proses penguraian secara total terhadap hasil samping proses ozonisasi, rendahnya reaktivitas ozon dan tingginya biaya produksi ozon mendorong perlunya pengembangan proses oksidasi lanjut (AOP) (Hutagalung, 2010). Dengan proses AOP, dapat dilakukan reduksi nilai BOD dan COD yang tinggi serta penguraian hasil samping proses ozonisasi menjadi H_2O dan CO_2 . Proses AOP dapat dilakukan dengan penggunaan ozon bersama-sama dengan beberapa bahan kimia atau kombinasi dengan radiasi UV dan beberapa bahan kimia [O_3 / H_2O_2 , O_3 / UV , $O_3 / H_2O_2 / UV$] (Zaikov, 2009; Glaze, 1987) serta ozonisasi katalitik (Zuorro, 2013).

Beberapa penelitian peningkatan oksidasi untuk efisiensi ozonisasi katalitik telah banyak dilakukan antara lain Al_2O_3 untuk *oxalic acid* (Cooper, 1999), MnO_2 untuk *nitrobenzene* (Ma dkk., 2004), TiO_2 untuk *fulvic acid* (Volk dkk., 1997), CuO/Al_2O_3 dan CuO/Al_2O_3 (Pi dkk., 2003), Fe_2O_3 untuk *oxalic acid* (Beltran dkk., 2005), CuO untuk *p-chlorobenzoic acid* (Pines dkk., 2003), karbon untuk *benzothiazole* (Valdes, 2006).

Sistem ozonisasi sebagai salah satu metode AOP didasarkan pada dekomposisi ozon dan pembentukan radikal hidroksil (Huang dkk., 2015). Salah satu tujuan utama proses AOP adalah menghasilkan radikal hidroksil

(·OH) yang lebih kuat dan reaktif dibandingkan ozon. Ozon dapat terurai menjadi spesies radikal hidroksil yang memiliki kemampuan oksidasi lebih tinggi terhadap cemaran organik dan hasil samping proses ozonisasi (Guo dkk., 2012). Reaksi radikal hidroksil bersifat non-selektif sehingga diperlukan *pretreatment* untuk meningkatkan efisiensinya. Meskipun ozonisasi atau ozonisasi katalitik telah banyak digunakan dalam pengolahan cemaran organik dan beracun, tingginya biaya dan potensi cemaran akibat pemakaian H_2O_2 pada proses AOP untuk menghasilkan radikal hidroksil harus dihindari.

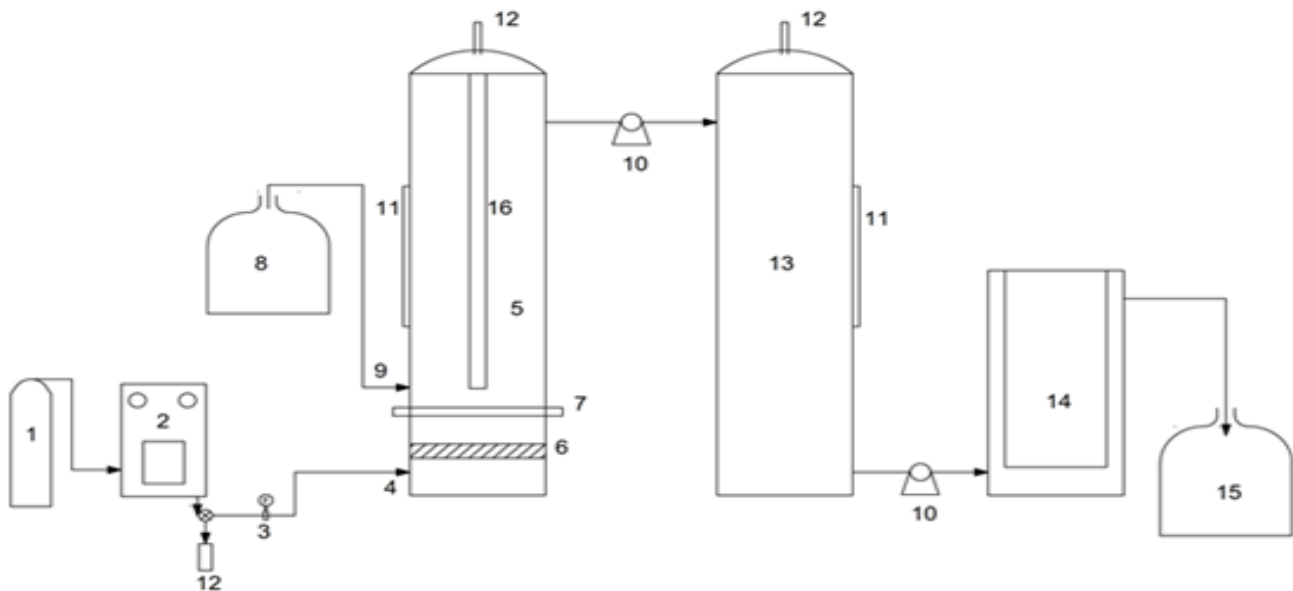
Efisiensi reaksi oksidasi terhadap target cemaran organik dapat ditingkatkan melalui pemakaian *difuser* mikro sehingga kontak dengan air limbah lebih efisien karena distribusi lebih merata. Teknologi ozonisasi katalitik terintegrasi katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 dengan *difuser* mikro adalah alternatif solusi yang murah dan efisien. Katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 merupakan kombinasi yang tepat karena harganya lebih rendah dibanding katalis lainnya dan masing-masing memiliki efektifitas katalitik yang baik.

2. METODE PENELITIAN

2.1. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah air limbah industri tekstil diambil dari salah satu industri tekstil di Pekalongan. Katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 menggunakan produk Merck (p.a). Bahan untuk pengujian BOD₅, COD, TSS, total fenol dan total ammonia. *Difuser* mikro menggunakan bahan keramik dengan pori mikro. Sekat pemisah katalis menggunakan plat stainless dengan pori mikro. Kantung katalis menggunakan polimer.

Sistem ozonasi katalitik terdiri atas tiga unit, yaitu unit generator ozon, unit reaktor dan unit filtrasi. Unit generator ozon memiliki kapasitas ozon maksimal 5 g/m³ dengan input udara kering. Unit reaktor katalitik dengan kapasitas maksimal 40 L dan reaktor separasi dengan kapasitas maksimal 40 L. Unit filtrasi ozon terdiri atas 2 filter mikro. Alur pengolahan air limbah industri tekstil ditunjukkan pada Gambar 1 berikut:



Gambar 1. Skema Alur Pengolahan Air Limbah Tekstil Dengan Sistem Ozonisasi Katalitik: (1) Unit Pengering Udara, (2) Generator Ozon, (3) Gas Flow Meter, (4) Inlet Ozon, (5) Reaktor Katalitik, (6) Diffuser, (7) Katalis, (8) Reservoir Air Limbah, (9) Inlet Air Limbah, (10) Pompa, (11) Pipa Penduga, (12) Penghancur Ozon, (13) Reaktor Separasi, (14) Filter, (15) Reservoir Air Terolah, (16) Lampu UV.

Gas ozon dari generator ozon dialirkan ke dalam reaktor katalitik dari bawah melalui *difuser* mikro. *Difuser* mikro terdiri dari dua lempeng keramik dengan pori berukuran mikro. Dalam reaktor katalitik, katalis ditempatkan dalam kantong dan diisolasi dengan sekat pemisah sehingga tidak menyebar sampai bagian atas reaktor. *Difuser* mikro meningkatkan efisiensi kontak ozon, katalis, dan air limbah dalam reaktor. Katalis dan lampu UV meningkatkan dekomposisi ozon membentuk radikal hidroksil yang akan mengurai komponen cemaran dalam air limbah. Reaktor separasi dan filtrasi mencegah padatan berpindah sehingga diharapkan diperoleh air limbah terolah yang memenuhi baku mutu.

2.1. Prosedur

Percobaan dilakukan dengan injeksi gas ozon ke dalam reaktor katalitik bersamaan dengan penambahan air limbah. Tingkat flow gas ozon diatur untuk menentukan dosis ozon sebelum mencapai reaktor. Konsentrasi ozon di inlet gas ozon ditentukan dengan mengirimkan inlet gas ke dalam botol penjerap yang berisi 200 mL larutan metil orange, dimana gas ozon terjebak. Kemudian konsentrasi ozon ditentukan secara spektrofotometri (Tjahjanto dkk., 2012). Percobaan ozonisasi katalitik menggunakan variasi dosis katalis 500 g, 1000 g, 1500 g dan flow ozon 1, 2, 3, 4 L/menit dengan volume air limbah 20 L. Dimana Fe_2O_3 dan Al_2O_3 sebagai katalis dalam proporsi yang sama ditempatkan dalam reaktor. Optimalisasi proses ozonisasi katalitik dilakukan melalui variasi waktu kontak. Indikator kinerja reaktor diukur dengan parameter warna, suhu, TSS, COD dan BOD_5 . Waktu yang diperlukan untuk penghilangan warna dipantau sebagai indikator efisiensi katalis. Intensitas warna air limbah diukur dengan dibandingkan terhadap larutan standar yang diperoleh dari pengenceran. Air limbah industri tekstil diencerkan menggunakan aquades menjadi 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90%. Selanjutnya larutan dipompa menuju reaktor separasi dan filter mikro untuk ditampung ke dalam reservoir air terolah. Reaktor katalitik difungsikan berulang untuk mengetahui estimasi umur pemakaian katalis. Karakterisasi air limbah terolah dilakukan sesuai Peraturan

Menteri Lingkungan Hidup R.I. Nomor 5 tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah, bagi usaha dan/atau kegiatan industri tekstil yaitu BOD_5 , COD, TSS serta total fenol dan total ammonia.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Air limbah bersumber dari proses *dyeing*, *sizing* dan tenun ditampung dalam bak ekualisasi yang dilengkapi saringan/filter sebagai tahap *pre-treatment*. *Pre-treatment* merupakan proses pendahuluan untuk eliminasi cemaran kasar yang akan menghambat proses ozonisasi katalitik. Selanjutnya air limbah dipompa menuju reaktor katalitik dimana dalam penyalurannya, air limbah diinjeksi dengan gas ozon melalui *difuser* mikro dan kontak dengan katalis untuk mengoptimalkan reaksi penguraian cemaran dalam air limbah. Setelah terurai dengan indikator hilangnya warna dari reaktor katalitik, air limbah dialirkan menuju reaktor separasi. Proses akhir adalah mengalirkan air limbah melalui unit filter, selanjutnya air limbah ditampung di bak kontrol untuk dibuang ke lingkungan melalui saluran pembuangan menuju badan lingkungan.

3.1 Dosis katalis

Penurunan intensitas warna dan pH air limbah terolah digunakan sebagai indikasi dihentikannya proses ozonisasi katalitik, karena sangat mudah, cepat dan murah dalam memperoleh data pengamatannya. Pada ozonisasi katalitik dengan flow tetap sesuai output alat, dosis katalis 1000 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 sebagai katalis dengan input 20 L air limbah dapat menghilangkan warna setelah 25 menit proses ozonisasi katalitik. Sedangkan dosis katalis 500 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 memerlukan waktu selama 45 menit. Dosis katalis 1500 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 memerlukan waktu yang lebih tinggi dibanding dosis katalis 1000 g yaitu 27 menit seperti tampak pada Tabel 1.

Luas permukaan katalis yang digunakan selama proses ozonisasi katalitik berubah, sehingga jumlah radikal $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan oleh katalis akan berubah. Hal ini mengakibatkan perbedaan jumlah radikal hidroksil pada proses penguraian dengan karakteristik air limbah yang sama, sehingga akan menghasilkan perbedaan kecepatan

penguraian. Walaupun demikian, katalis yang berlebihan akan menghambat *flow* pasokan radikal hidroksil untuk kontak dengan cemaran sehingga memerlukan waktu lebih lama seperti pada dosis katalis 1500 g.

Tabel 1. Data Hasil Pengujian Dosis Katalis Dengan Flow Ozon 7 L/Menit dan Input 20 L Air Limbah

No	Rasio Katalis (g)	Waktu Degradasi Warna 50% (menit)	Waktu Degradasi Warna 100% (menit)	pH
1	500	10	45	7,2
2	1000	11	25	7,3
3	1500	14	27	7,5

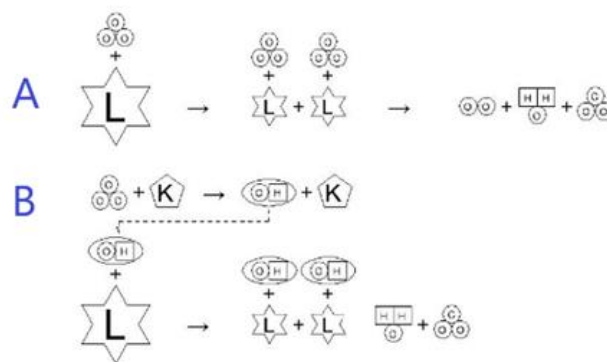
3.2 Flow Ozon

Untuk mengetahui konsentrasi ozon pada ozonisasi katalitik dilakukan percobaan *flow* gas ozon 1, 2, 3, 4 dan 5 L/menit dengan dosis katalis 1000 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 dan input 20 L air limbah. Flow gas ozon 2 L/menit menghasilkan penghilangan warna air limbah setelah 20 menit. Sedangkan *flow* gas ozon 1 L/menit memerlukan waktu selama 40 menit. Nilai pH untuk variasi *flow* ozon hampir sama sebagai indikasi air limbah telah terolah dengan baik. *Flow* gas ozon 3, 4 dan 5 L/menit memerlukan waktu masing-masing 23, 24 dan 23 menit. Penurunan kadar cemaran menggunakan sistem ozonisasi katalitik dengan dosis katalis 1000 g (500 g Fe_2O_3 dan 500 g Al_2O_3) dengan *flow* gas ozon 1, 2, 3, 4, 5 L/menit dapat diketahui melalui hasil pengujian air terolah seperti pada Tabel 2.

Tabel 2. Data Hasil Pengujian Flow Ozon Dengan Dosis Katalis 1000 g dan Input 20 L Air Limbah

No	Flow Ozon (L /menit)	Waktu Degradasi Warna 50% (menit)	Waktu Degradasi Warna 100% (menit)	pH
1	1	10	40	7,2
2	2	9	20	7,3
3	3	11	24	7,3
4	4	10	24	7,3
3	5	11	23	7,3

Makin besar *flow* ozon akan meningkatkan jumlah radikal $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan oleh katalis. Namun dosis katalis yang digunakan selama proses ozonisasi katalitik tetap akan memberikan batasan konsentrasi ozon maksimal untuk bereaksi membentuk radikal $\bullet\text{OH}$. Ozon yang tidak bereaksi dengan katalis akan mengurai cemaran secara langsung atau terurai kembali menjadi gas oksigen dalam air limbah seperti tampak pada Gambar 2. Hal ini mengakibatkan waktu ozonisasi yang tidak berubah meskipun *flow* ozon meningkat, seperti tampak pada Tabel 2. *Flow* ozon berlebihan tidak banyak mempengaruhi waktu ozonisasi katalitik. *Flow* ozon 2 L/menit merupakan *flow* ozon maksimal yang dapat bereaksi dengan katalis.



Gambar 2. Mekanisme Reaksi Ozonisasi: (A) Secara Langsung, (B) Katalitik

3.3. Waktu Ozonisasi

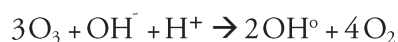
Penurunan kadar cemaran dengan ozonisasi sebagai oksidator degradasi dapat diketahui melalui hasil pengujian air terolah yang ditunjukkan pada Tabel 4. Terlihat bahwa secara umum proses ozonisasi saja hanya memberikan pengurangan yang masih di atas persyaratan baku mutu yaitu BOD_5 70,57 mg/L dan COD 175,79 mg/L. Meskipun parameter TSS 18 mg/L, suhu dan pH memenuhi persyaratan baku mutu. Untuk parameter lainnya tidak dilakukan analisa karena nilai BOD_5 dan COD yang tinggi merupakan indikasi tingginya nilai parameter lainnya. Sedangkan warna air limbah menunjukkan penurunan sebesar 50% setelah ozonisasi selama 120 menit. Sedangkan waktu ozonisasi katalitik untuk penghilangan warna air limbah sebesar 50% adalah

20 menit seperti ditunjukkan pada Tabel 3. Tingginya kecepatan waktu ozonisasi katalitik untuk penghilangan warna karena radikal hidroksil yang dihasilkan memiliki potensial oksidasi yang lebih tinggi (2,8 eV) dari ozon (2,07 eV) dan dapat mengurai molekul organik dan anorganik secara cepat dan non selektif.

Tabel 3. Data Hasil Pengujian Waktu Ozonisasi Dengan Flow Ozon 2 L/Menit

No	Ozonisasi	Waktu Degradasi Warna 50% (menit)	Waktu Degradasi Warna 100% (menit)	pH
1	O ₃	120	-	7,2
2	O ₃ / Fe ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ (dosis katalis 1000 g)	9	20	7,3

Rendahnya efisiensi ozonisasi karena terhambatnya proses penguraian secara total terhadap hasil samping proses ozonisasi. Ketika ozon mengurai cemaran kompleks menjadi molekul yang lebih kecil, senyawa tersebut akan menghambat reaktivitas ozon. Rendahnya kontak ozon dengan komponen cemaran dalam air limbah karena ozon cenderung kontak dengan molekul air menghasilkan gas oksigen dengan reaksi sebagai berikut (Sonntag, 1996):



Sehingga hanya sebagian kecil gas ozon yang bereaksi dalam proses penguraian komponen cemaran dalam air limbah seperti pada Gambar 3.

3.4 Ozonisasi Katalitik

Secara umum sistem ozonisasi katalitik menunjukkan efisiensi pengolahan air limbah tekstil dimana menghasilkan air terolah dengan parameter TSS 14 mg/L, BOD₅ 35,38 mg/L, COD 75,98 mg/L, fenol total 0,35 mg/L, khrom total (Cr) < 0,54 mg/L, amoniak total (NH₃-N) 0,29 mg/L, sulfida sebagai S 0,18 mg/L, minyak dan lemak 0,2 mg/L, yang telah memenuhi persyaratan baku mutu. Reaktor katalitik difungsikan berulang untuk

mengetahui *performance* katalis. Pengulangan menunjukkan kinerja sistem ozonisasi katalitik dengan interval waktu penghilangan warna antara 18 – 28 menit dengan nilai pH relatif konstan.

Hasil pengujian air limbah terolah dari uji coba sistem ozonisasi dan ozonisasi katalitik di PT. Pismatex Textile Industry sebagai berikut:

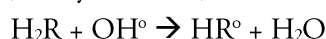
Tabel 4. Data Hasil Pengujian Air Limbah Terolah Dengan Flow Ozon 2 L/Menit

No	Parameter	Satuan	Batas Syarat	O ₃	O ₃ / UV / Fe ₂ O ₃ / Al ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ (dosis katalis 1000 g)
I. FISIKA					
1	Suhu	°C	38,0	36,0	36,0
2	TSS	mg/L	50	18	14
II. KIMIA					
1	BOD ₅	mg/L	60	70,57	35,38
2	COD	mg/L	150	175,79	75,98
3	Fenol Total	mg/L	0,5	*	0,35
4	Khrom Total (Cr)	mg/L	1,0	*	< 0,54
5	Amoniak Total (NH ₃ -N)	mg/L	8,0	*	0,29
6	Sulfida sebagai S	mg/L	0,3	*	0,18
7	Minyak dan Lemak	mg/L	3,0	*	0,2
8	pH		6 – 9	7,3	7,2

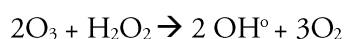
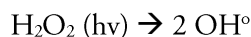
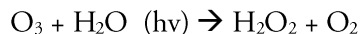
Katalis Fe₂O₃, Al₂O₃ dan UV akan meningkatkan penguraian ozon menghasilkan radikal hidroksil. Pengolahan air limbah dengan sistem ozonisasi katalitik sangat dipengaruhi oleh interaksi antara katalis, ozon dan cemaran dalam air limbah. Karakteristik interaksi unsur-unsur tersebut akan mempengaruhi tahapan reaksi transfer massa dalam fase gas-larutan (reaksi gas ozon dengan

cemaran dalam air limbah), larutan–katalis (kontak antara cemaran dalam air limbah dengan permukaan katalis dan reaksi dengan ozon) dan gas–katalis (reaksi gas ozon dengan permukaan katalis dimana radikal hidroksil terbentuk dan bereaksi dengan cemaran dalam air limbah) serta jenis reaksi oleh radikal hidroksil. Dengan adanya *difuser* mikro maka interaksi antara katalis, ozon dan cemaran dalam air limbah lebih homogen sehingga efisiensi reaksi oksidasi terhadap target cemaran dapat ditingkatkan melalui ozonisasi langsung atau ozonisasi katalitik.

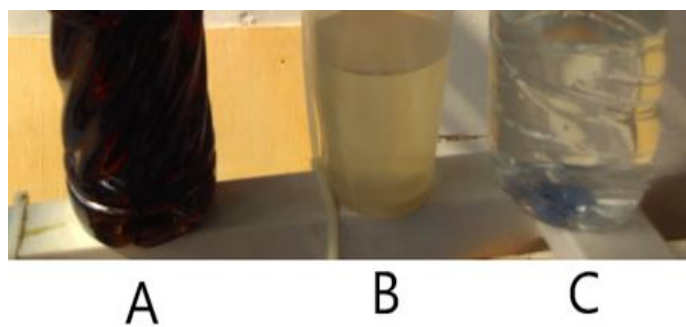
Katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 dalam air mengubah ozon membentuk radikal hidroksil dengan reaksi seperti pada Gambar 3. Cemaran organik dalam air limbah (R), selain akan terurai menjadi senyawa yang lebih sederhana, bisa membentuk radikal organik ($\text{R}^\bullet$) melalui reaksi sebagai berikut (Tomiyasu, 1985):



Ozon tersisa akan bereaksi membentuk H_2O_2 karena adanya radiasi UV dari lampu UV 254 nm dalam reaktor katalitik dengan reaksi sebagai berikut (Peyton, 1987):



Penurunan intensitas warna melalui ozonisasi katalitik lebih cepat dibandingkan ozonisasi. Gas ozon terserap oleh material katalis yang akan menghasilkan radikal hidroksil. Pada reaktor katalitik ini, proses yang terjadi adalah destruksi cemaran oleh radikal hidroksil yang dihasilkan oleh proses ozonisasi katalitik. Pada ozonisasi katalitik dengan katalis Fe_2O_3 dan Al_2O_3 memberikan penurunan intensitas warna 50% setelah 9 menit. Setelah proses ozonisasi katalitik selama 20 menit, tidak tampak adanya warna larutan seperti terlihat pada Gambar 3. Hal ini mengindikasikan bahwa radikal hidroksil cukup mampu dan sangat efektif untuk menguraikan ikatan kromofor, dimana jumlah radikal hidroksil yang dihasilkan oleh ozonisasi katalitik cukup banyak, sehingga tampak adanya perubahan warna larutan dari biru menjadi jernih seperti tampak pada Gambar 4.



Gambar 4. Penurunan Intensitas Warna Melalui Ozonisasi Katalitik: (A) Air Limbah Input, (B) Air Limbah Sebelum Filtrasi (C) Air Limbah Terolah

4. KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan efisiensi pengolahan air limbah tekstil berbasis ozonisasi katalitik dengan katalis Besi(III) oksida (Fe_2O_3) dan Aluminium oksida (Al_2O_3) menggunakan *difuser* mikro dan filtrasi dimana output air limbah terolah memenuhi baku mutu yang ditetapkan sesuai Peraturan Daerah Propinsi Jawa Tengah No. 5 Tahun 2012 tentang Baku Mutu Limbah dan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah. Kondisi ozonisasi katalitik terbaik untuk dosis katalis 1000 g Fe_2O_3 dan Al_2O_3 , waktu ozonisasi katalitik 20 menit dengan *flow* ozon 2 L/menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ir. Rudy Nurbono dari PT. Pismatex Textile Industry dan Rusdiono dari Bengkel Ozon Semarang atas dukungan teknis terhadap penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Beltrán FJ., Rivas FJ., Montero-de-Espinosa R., 2005, Iron type catalysts for the ozonation of oxalic acid in water, *Water Research* 39:3553–3564.
- Climent FL., Olmos GR., Anfruns A., Aymerich I., Corominas L., Barcel D., Rodriguez-Mozaz S.,

- 2017, Elimination study of the chemotherapy drug tamoxifen by different advanced oxidation processes: Transformation products and toxicity assessment, *Chemosphere* doi: 10.1016/j.chemosphere.2016.10.057.
- Cooper C., Burch R., 1999, An investigation of catalytic ozonation for the oxidation of halocarbons in drinking water preparation, *Water Research* 33: 3695–3700.
- Fast SA., Gude VG., Truax DD., Martin J., Magbanua BS., 2017, A critical evaluation of advanced oxidation processes for emerging contaminants removal, *Environmental Processes* doi: 10.1007/s40710-017-0207-1.
- Glaze WH., Kang JW., 1987, The chemistry of water treatment processes involving ozone, hydrogen peroxide and ultraviolet radiation, *Ozone: Science and Engineering* 335–352.
- Gottschalk C., Libra JN., Saupe A., 2010, *Ozonation of water and waste water*, 2nd edn., Wiley-VCH, Berlin.
- Guo Y., Yang L., Cheng X., Wang X., 2012, The application and reaction mechanism of catalytic ozonation in water treatment, *J Environ Anal Toxicol* 2:7.
- Guzman VP., Silva-Agredo J., Florez O., Giraldo-Aguirre AL., Pulgarin C., Torres-Palma RA., 2017, Selecting the best AOP for isoxazolyl penicillins degradation as a function of water characteristics: Effects of pH, chemical nature of additives and pollutant concentration, doi: 10.1016/j.jenvman.2016.12.056.
- Handayani NI., Moenir M., Setianingsih NI., Malik RA., 2016, Isolasi bakteri heterotrofik anaerobik pada pengolahan air limbah industri tekstil, *Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri* 7(1):39-46.
- Hordern BK., Ziółek M., Nawrocki J., 2003, Review: catalytic ozonation and methods of enhancing molecular ozone reactions in water treatment, *Applied Catalysis B: Environmental* 46:639–669.
- Huang Y., Cui C., Zhang D., Li L., Pan D., 2015, Heterogeneous catalytic ozonation of dibutyl phthalate in aqueous solution in the presence of iron-loaded activated carbon, *Chemosphere* 119:295–301.
- Hutagalung SS., Sugiarto AT., Luvita V., 2010, Metode advanced oxidation processes (AOP) untuk mengolah limbah resin cair, Dalam prosiding Seminar Nasional Teknologi Pengelolaan Limbah VIII BATAN-RISTEK.
- Ichikawa S., Mahardiani L., Kamiya Y., 2014, Catalytic oxidation of ammonium ion in water with ozone over metal oxide catalysts, *Catal Today* 232:192–197.
- Kementerian Perindustrian, 2016 Ekspor naik, industri TPT perluas pasar ke produk non woven. <http://www.kemenperin.go.id/artikel/15116/Ekspor-Naik,-Industri-TPT-Perluas-Pasar-Ke-Produk-Non-Woven>. Diakses 2 Februari 2017.
- Lee JE., Jin BS., Cho SH., 2005, Catalytic ozonation of humic acids with Fe/MgO, *Korean J Chem Eng* 22:536.
- Long L., Zhao Yang L., Fu M., Wu J., Huang B., Ye D., 2011, Room temperature catalytic ozonation of toluene over MnO₂/Al₂O₃, *Chinese Journal of Catalysis* 32(6):904-916.
- Ma J., Sui MH., Chen ZL., Wang LN., 2004, Degradation of refractory organic pollutants by catalytic ozonation–activated carbon and Mn-loaded activated carbon catalysts, *Ozone: Science and Engineering* 26:3–10.
- Marlena B., Mukimin A., Susana E., 2012, Dekolorisasi pewarna reaktif pada air limbah industri tekstil secara elektrokimia, *Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri* 2(2):98-104.
- Mizuno T., Tsuno H., Yamada H., 2007, Development of ozone self- decomposition model for engineering design, *Ozone: Science and Engineering* 2:55–63.
- Moertinah S., Djarwanti, Sartamtomo, Yuliasuti R., Yuliasni R., 2010, Peningkatan kinerja lumpur aktif dengan penambahan karbon aktif dalam

- pengolahan air limbah industri tekstil pewarnaan dengan zat warna indigo & sulfur, *Jurnal Riset Industri* 4(1):23-33.
- Mukimin A., Vistanty H., Zen N., 2015, Oxidation of textile wastewater using cylinder Ti/ β -PbO₂ electrode in electrocatalytic tube reactor, *Chemical Engineering Journal* 259:430-437.
- Peyton GR., Glaze WH., 1987, Mechanism of photolytic ozonation, *ASC Symposium-Series* 327:76-88.
- Pi Y., Ernst M., Schrotter JC., 2003, Effect of phosphate buffer upon CuO/Al₂O₃ and Cu(II) catalyzed ozonation of oxalic acid solution, *Ozone: Science & Engineering* 25:393-397.
- Pines DS., Reckhow DA., 2003, Solid phase catalytic ozonation process for the destruction of a model pollutant, *Ozone: Science & Engineering* 25:25-39.
- Smith W., 1994, Principles of ozone generation, Watertec Engineering Pty Ltd.
- Sonntag VC., 1996, Degradation of aromatics by advanced oxidation processes in water remediation: some basic considerations, *Journal Water Supply Research and Technology-Aqua* 45:84-91.
- Syafarudin A., Novia, 2013, Produksi ozon dengan bahan baku oksigen menggunakan alat ozon generator, *Jurnal Teknik Kimia* 2(19).
- Syahroni C., Djarwanti, 2015, Pengembangan reaktor fotokatalitik rotating drum untuk pengolahan air limbah industri tekstil, *Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri* 6(2):35-44.
- Tjahjanto RT., Galuh DR., Wardani S., 2012, Ozone determination: A comparison of quantitative analysis methods, *J Pure App Chem Res* 1(1):18-25.
- Tomiyasu H., Fukutomi H., Gordon G., 1985, Kinetics and mechanisms of ozone decomposition in basic aqueous solutions, *Inorganic Chemistry* 24:2962-2985.
- Tran-Truong TT., Nguyen MMT., Vo-huu T., Nguyen K., Nguyen DT., Nguyen-ngoc H., 2016, Catalytic ozonation of nonyl phenol ethoxylates in water by octahedral molecular sieve OMS-2, 5th World Conference on Applied Sciences, Engineering & Technology HCMUT Vietnam.
- Valdés H., Zaror CA., 2006, Heterogeneous and homogeneous catalytic ozonation of benzothiazole promoted by activated carbon: Kinetic approach, *Chemosphere* 65:1131-1136.
- Volk C., Roche P., Joret JC., Paillard H., 1997, Comparison of the effect of ozone, ozone-hydrogen peroxide system and catalytic ozone on the biodegradable organic matter of a fulvic acid solution, *Water Research* 31:650-656.
- Zaikov GE., Rakovsky SK., 2009, Ozonation of organic and polymer compounds, iSmithers, Shawbury UK.
- Zuorro A., Fidaleo M., Lavecchia R., 2013, Response surface methodology (RSM) analysis of photodegradation of sulfonated diazo dye Reactive Green 19 by UV/H₂O₂ process, *Journal of Environmental Management* 127:28-35.



Preparasi dan karakterisasi katalis asam padat berbasis niobia untuk produksi senyawa glukosa

Preparation and Characterization of Solid Acid Based on Niobia for Glucose Production

Adid Adep Dwiatmoko^{1,2*}, Nino Rinaldi²

¹University of Science and Technology, Yuseong-gu, Daejeon 34113, South Korea

²Pusat Penelitian Kimia – LIPI. Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Banten 15314

INFO ARTIKEL

Sejarah Artikel :

Diterima 12 Juni 2017

Direvisi 10 September 2017

Disetujui 13 September 2017

Dipublikasikan online

21 November 2017

Keywords :

Niobia

Catalyst

Hydrolysis

Glucose

Cellobiose

ABSTRAK

Katalis asam padat berbasis niobia telah dibuat dan diuji coba untuk reaksi hidrolisis selobiosa membentuk senyawa glukosa. Untuk meningkatkan aktivitasnya, permukaan katalis dimodifikasi dengan menggunakan asam fosfat. Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS), *X-ray diffraction* (XRD), dan *ammonia-temperature programmed desorption* (NH₃-TPD). Modifikasi pada permukaan katalis telah meningkatkan selektivitas katalis untuk membentuk glukosa dari reaksi hidrolisis selobiosa. Berdasarkan karakterisasi yang dilakukan, telah dipercaya bahwa kontribusi utama yang menyebabkan peningkatan selektivitas katalis adalah terbentuknya spesies dihidrogen fosfat pada permukaan katalis yang telah dimodifikasi, yang merupakan bentukan hasil reaksi antara asam fosfat dan niobic acid. Studi ini menunjukkan bahwa modifikasi permukaan katalis niobic acid mendorong terbentuknya produk penting dari selobiosa, yang nantinya dapat dipergunakan juga untuk selulosa dari biomassa.

ABSTRACT

The niobia-based solid acid catalyst has been prepared and tested for hydrolysis reaction of cellobiose to produce glucose. To increase its activity, the catalyst surface is modified using phosphoric acid. Catalyst characterization was performed using X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), X-ray diffraction (XRD), and ammonia-temperature programmed desorption (NH₃-TPD). Surface modification of catalyst increased catalyst selectivity to glucose from the hydrolysis reaction. It is believed that the main contribution that causes the increased selectivity was the formation of the dihydrogen phosphate species on the surface of the catalyst, which was the resultant reaction between phosphoric acid and niobic acid. This study shows that surface modification of niobic acid catalyst promotes the formation of an important product of cellobiose, which can also be applied for cellulose from biomass.

1. PENDAHULUAN

Pengembangan konversi biomassa selulosa yang hemat energi menjadi bahan bakar cair yang berkelanjutan

adalah usaha yang cukup penting dalam rangka mengurangi ketergantungan bahan bakar fosil serta membatasi pemanasan global yang disebabkan oleh emisi karbon

*Alamat korespondensi :

E-mail : adid.ade.dwiatmoko@lipi.go.id (A.A. Dwiatmoko)

Telp. +6281319326646

doi : <https://10.21771/jrtppi.2017.v8.no.2.p76-80>

2503-5010/2087-0965© 2017 Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri-BBTPPI (JRTPPPI-BBTPPI).

This is an open access article under the CC BY-NC-SA license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>).

Accreditation number : (LIPI) 756/Akred/P2MI-LIPI/08/2016

dioksida. Selulosa, senyawa organik yang paling melimpah dalam biomassa, dapat dikonversi menjadi glukosa pada reaksi hidrolisis, sedangkan 5-hidroksimetilfurfural (HMF) dapat diproduksi dari glukosa dengan dehidrasi air melalui isomerisasi glukosa-fruktosa. Glukosa adalah bahan kimia industri penting yang digunakan untuk membentuk gula alkohol dengan hidrogenasi (Tathod dkk., 2014) dan juga membentuk senyawa furan yang mengandung karbonil seperti 5-hidroksimetilfurfural (HMF) dan furfural melalui reaksi dehidrasi (Cui dkk., 2016; Zhang dkk., 2017). Selain itu, glukosa dan HMF adalah senyawa yang sangat menarik yang digunakan untuk mensintesis berbagai bahan bakar dan bahan kimia. Konversi katalitik yang efisien dari selulosa menjadi glukosa/HMF melalui hidrolisis/dehidrasi asam bisa menjadi jalur penting untuk menghasilkan alkana yang berasal dari biomassa lebih lanjut (Liu dkk., 2015; Weng dkk., 2016). Dengan cara ini, katalis yang sangat aktif dan selektif diperlukan untuk konversi.

Sejak bertahun-tahun yang lalu, asam niobia ($\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) telah dikenal sebagai katalis yang sangat efektif untuk reaksi yang membebaskan molekul air (Nowak & Ziolk, 1999; Okuhara, 2002). Katalis ini merupakan oksida polimer $\text{H}_2\text{Nb}_6\text{O}_{16}$ yang tak larut, yang mengandung air terhidrasi dengan jumlah yang tidak tertentu, tergantung pada metode preparasinya (Tanabe & Okazaki, 1995). Permukaan asam niobia memiliki kekuatan asam yang tinggi, bahkan di dalam lingkungan air, asalkan tetap dalam bentuk amorf (Okuhara, 2002; Tanabe & Okazaki, 1995). Pengembangan dan penerapan senyawa niobium dalam reaksi katalitik heterogen masih menarik perhatian besar (Reche dkk., 2016).

Telah umum diketahui bahwa perlakuan dengan asam mineral untuk memodifikasi permukaan asam niobia sangat efektif untuk menekan kristalisasi katalis dan untuk meningkatkan keasaman permukaan juga (de Pietre dkk., 2010). Di sini, kami melaporkan penelitian tentang perilaku katalis asam niobia yang dimodifikasi permukaannya oleh asam mineral untuk hidrolisis selobiosa menjadi glukosa. Karakterisasi katalis dengan berbagai metode telah dilakukan untuk mendeskripsikan lebih lanjut hasil reaksi tersebut.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Preparasi Katalis

Secara singkat, asam niobia (AN), sebanyak 1 gram, dihaluskan, direndam dan diaduk dalam 20 ml larutan 1 mol/L dari asam fosfat pada suhu kamar selama 72 jam. Suspensi kemudian disaring dan dicuci bersih dengan air berlebih sampai pH netral tercapai. Padatan yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 12 jam, dan selanjutnya disimpan dalam vial (AN-F). Selain itu, modifikasi dengan asam sulfat pada asam niobia (AN-S), dilakukan sesuai dengan metode serupa yang dijelaskan di atas.

2.2 Karakterisasi Katalis

Struktur fasa katalis diidentifikasi analisis difraksi X-ray (*X-ray Diffraction analysis*) dengan menggunakan Rigaku dengan sumber radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,15406 \text{ nm}$) yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. Nilai 2-theta dipindai di kisaran $5\text{-}90^\circ$. Analisis *X-ray Photoelectron Spectroscopy* (XPS) dilakukan dengan menggunakan PHI 5000 VersaProbe (Ulvac-PHI). Sumber sinar matahari monokromator Al K α ($h\nu \sim 1486,6 \text{ eV}$) dioperasikan pada suhu 25 W dan 15 kV dengan ukuran spot $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$. Energi pengikatan data XPS direferensikan ke puncak C1 pada 284,6 eV dengan akurasi 0,1 eV dan netralisasi muatan digunakan. Pengukuran desorpsi amonia (NH_3 -TPD) dilakukan untuk menentukan sifat asam katalis.

2.3 Reaksi Katalitik

Untuk mengevaluasi aktivitas katalitik dan selektivitas dari katalis yang telah disiapkan, reaksi hidrolisis selobiose dilakukan sebagai berikut: campuran yang mengandung substrat (0,2 g), air (20 mL), katalis (0,1 g) dipanaskan dengan pengadukan dengan gas N_2 pada suhu 140°C selama 4 jam di autoklaf *stainless steel*. Setelah reaksi, campuran didinginkan sampai suhu kamar dan kemudian disaring untuk analisis produk. Produk dalam larutan akhir ditentukan secara kuantitatif dengan kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) menggunakan kolom Bio-Rad HPX-

87H (7,8 x 300 mm) pada suhu 35°C yang dilengkapi dengan detektor RI (Young Lin YL 9170 RID), dengan fase gerak adalah 5 mM asam sulfat dan laju alir 0,5 mL/menit.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Aktivitas katalis yang telah disiapkan dievaluasi dalam reaksi hidrolisis selobiosa. Selobiosa, yang merupakan model substrat dari selulosa, dapat diubah menjadi glukosa melalui reaksi hidrolisis, yang diikuti oleh dehidrasi air untuk membentuk HMF dalam reaksi katalis asam. Selanjutnya, dengan adanya spesies asam, HMF dapat dikonversi menjadi asam organik, seperti asam levulinat dan asam format. Produk polimer dan humin yang tidak larut dapat dihasilkan dari produk ini melalui rekombinasi dengan gula atau oligosakarida melalui kondensasi aldol (Sievers dkk., 2009).

Seperti ditunjukkan pada Tabel 1, asam niobia tanpa modifikasi (AN), menunjukkan aktivitas katalitik yang cukup moderat untuk konversi selobiosa. Konversi selobiosa sebesar 55% diperoleh setelah reaksi pada suhu 140°C selama 4 jam. Namun, selektivitas produk terhadap glukosa, HMF, atau asam organik sangat rendah ($\leq 20\%$) (Tabel 1, entri 1). Selain produk yang disebutkan (glukosa, HMF dan asam), perlu dicatat bahwa fruktosa terdeteksi pada kromatogram HPLC. Namun, konsentrasinya sangat rendah dalam semua reaksi dibandingkan dengan konsentrasi produk lainnya. Menariknya, katalis yang dimodifikasi oleh asam mineral umum memiliki selektifitas glukosa yang jauh lebih tinggi. Bila asam niobia dimodifikasi dengan 1 M asam sulfat (AN-S) dan asam fosfat (AN-F), selektivitas glukosa adalah sebesar 40,8% dan 82,7% untuk AN-S dan AN-F (Tabel 1, entri 2 dan 3). Berdasarkan hasil tersebut, karakterisasi dilakukan untuk mencari sebab kenaikan selektivitas pada katalis yang sudah dimodifikasi dengan asam fosfat.

Analisis XRD dilakukan untuk menguji pengaruh modifikasi permukaan terhadap perubahan struktural katalis. Gambar 1 menunjukkan pola XRD dari katalis yang disiapkan. Asam niobia, yang memiliki struktur amorf (Nowak & Ziolk, 1999; Okuhara, 2002), hanya menunjukkan puncak difraksi lebar pada $2\theta = 14,5^\circ$, $28,7^\circ$, $49,1^\circ$ dan $57,7^\circ$. Setelah perlakuan dengan asam fosfat ke

permukaan katalis, beberapa puncak ini dilemahkan atau dikurangi dan kemudian, muncul difraksi yang jelas pada $2\theta = 11,8^\circ$, $14,5^\circ$, $19,6^\circ$, $22,9^\circ$, $27,8^\circ$, $27,8^\circ$, $39,7^\circ$, $44,4^\circ$, $57,2^\circ$, $60,9^\circ$ dan $64,7^\circ$ mulai muncul, yang mana menunjukkan pembentukan fase kristal dari struktur fosfat niobium terjadi pada permukaan katalis (Rocha dkk., 2008).

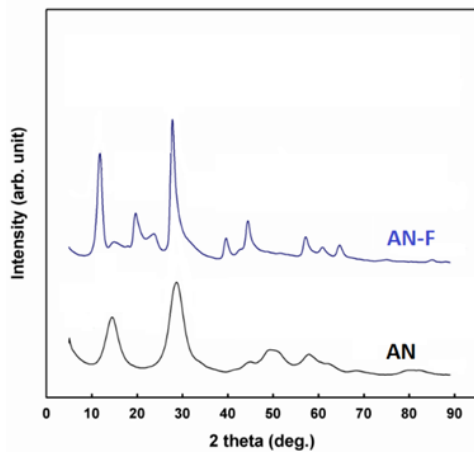
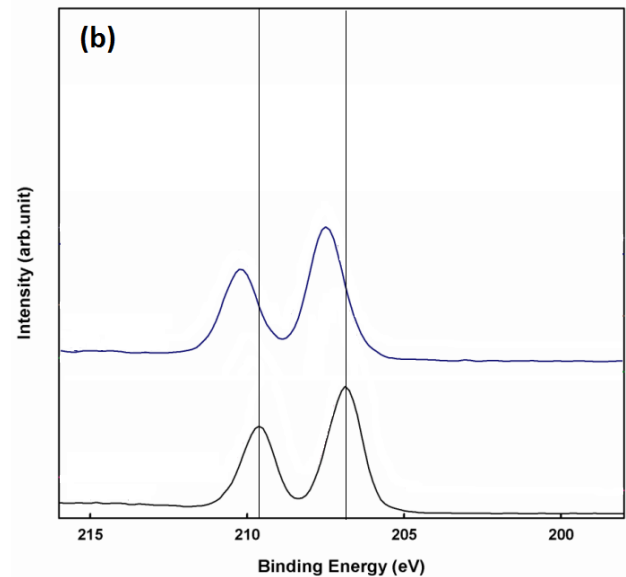
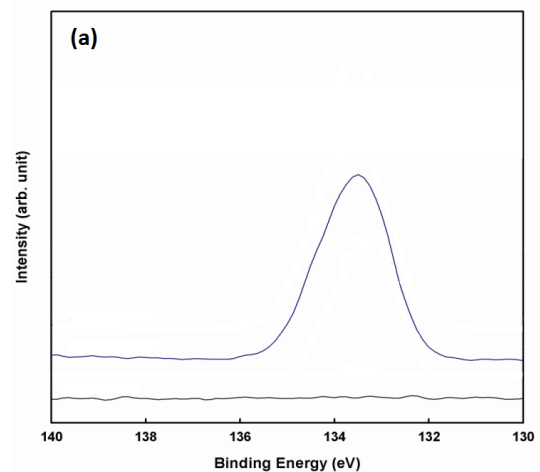
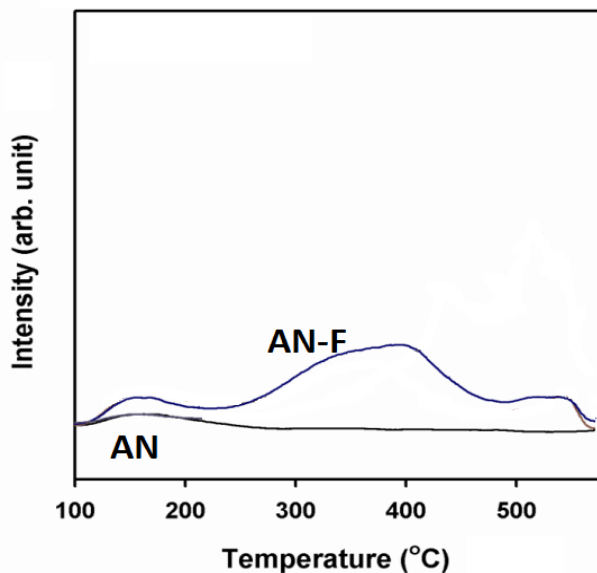
Gambar 2a menunjukkan hasil analisis XPS untuk spesies fosfor pada permukaan katalis. Tidak ada puncak energi ikat P2p yang diamati pada asam niobia tanpa modifikasi (AN). Spektrum XPS P2p terlihat sangat jelas pada katalis yang dimodifikasi permukaannya, yang menunjukkan adanya ion fosfat H_2PO_4^- , yang sesuai dengan sinyal yang berpusat pada sekitar $133,0 \pm 1,0$ eV dengan lebar penuh pada setengah maksimum (FWHM) 2,1 eV (de Pietre dkk., 2010; Francisco dkk., 2004), sesuai dengan hasil dari Analisis XRD. Hasil analisis XPS untuk spesies niobium pada permukaan katalis juga ditampilkan pada (Gambar 2b). Pergeseran energi ikat untuk Nb3d terjadi, dan ini mungkin disebabkan oleh sifat penyumbang elektron yang relatif kurang (yaitu lebih elektronegatif) dari susunan ikatan fosfor terdekat (ikatan Nb-O-P) relatif terhadap ikatan niobium (pengaturan ikatan Nb-O-Nb). Telah diketahui bahwa fosfor lebih elektronegatif daripada niobium. Di sisi lain, pergeseran ini juga bisa disebabkan oleh peningkatan kandungan oksigen di permukaan, karena oksigen (O^{2-}) sangat elektronegatif, sehingga mempengaruhi lingkungan atom niobium dan fosfor.

Hasil-hasil yang disebutkan di atas, jelas menunjukkan bahwa terjadi perubahan karakter permukaan katalis setelah modifikasi. Keberadaan fosfor yang teridentifikasi dari karakterisasi menggunakan XPS menunjukkan keberadaan gugus hidroksi fosfat (H_2PO_4^-) di permukaan katalis, yang ini menjelaskan bahwa katalis yang sudah dimodifikasi mendapatkan tambahan keasamaan. Modifikasi pada permukaan katalis tersebut diyakini telah meningkatkan sifat asam dari permukaan katalis. Berdasarkan hal tersebut, kami mengukur kekuatan asam dari katalis dengan analisis TPD ammonia. Hasilnya, sebagaimana tertera pada Gambar 3, tingkat keasamaan katalis meningkat setelah modifikasi, yang ditandai dengan munculnya puncak pada suhu 300–400°C.

Tabel 1. Hidrolisis Selobiose dengan Katalis Asam Niobia

Nomor	Katalis	Konversi (%)	Selektivitas (%)			
			Glukosa	HMF	Asam Organik ^b	Senyawa lain ^c
1	AN	55.0	20.9	11.4	23.6	42.6
2	AN-S	52.4	40.8	17.4	5.0	33.7
3	AN-F	42.8	82.7	-	-	4.4

^aKondisi reaksi: selobiosa (0,2 g), air (20 mL) dan katalis (0,1 g) pada 140°C selama 4 jam. ^bTotal selektivitas asam organik; meliputi asam format dan asam levulinat. ^cTotal selektivitas produk lainnya; termasuk produk fruktosa dan tidak diketahui.

**Gambar 1.** Analisis XRD dari Katalis yang Sudah Disiapkan**Gambar 2.** Analisis XPS dari Katalis yang Sudah Disiapkan; (a) P2p (b) Nb3d**Gambar 3.** Analisis TPD dari Katalis yang Sudah Disiapkan.

Dari hasil analisis dan karakterisasi di atas, peningkatan selektivitas katalis untuk menghasilkan glukosa memiliki keterkaitan peningkatan sifat keasamannya.

Keasaman katalis yang meningkat, menjadikan selektivitasnya lebih tinggi dibandingkan dari katalis tanpa modifikasi

4. KESIMPULAN

Kami telah mendemonstrasikan bahwa modifikasi permukaan katalis asam niobia dengan asam fosfat telah meningkatkan selektivitas dalam pembentukan glukosa dari hidrolisis selobiosa. Selektivitas glukosa meningkat hingga 82,7%. Berdasarkan hasil-hasil karakterisasi, dipercaya bahwa penyumbang utama peningkatan selektivitas adalah adanya dihidrogen-fosfat (H_2PO_4^-) sebagai spesies aktif pada permukaan katalis yang terbentuk dari reaksi yang terjadi antara asam fosfat dan asam niobia, yang dikonfirmasi oleh XPS. Studi ini menunjukkan modifikasi permukaan katalis asam niobik mendorong pembentukan produk berharga dari selobiosa dan, lebih lanjut, dari bahan lignoselulosa.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis berterima kasih atas supervisi dari Dr. Dong Jin Suh dan Dr. Young-Woong Suh dalam pelaksanaan penelitian ini. Selain itu, penulis juga berterima kasih atas dukungan finansial dari University of Science and Technology dan Korea Institute of Science dan Technology.

DAFTAR PUSTAKA

- Cui J., Tan J., Deng T., Cui X., Zhu Y., Li Y., 2016, Conversion of carbohydrates to furfural via selective cleavage of the carbon-carbon bond: the cooperative effects of zeolite and solvent, *Green Chem* 18(6):1619-1624.
- de Pietre MK., Almeida LC., Landers R., Vinhas RC., Luna FJ., 2010, H_3PO_4 -and H_2SO_4 -treated niobic acid as heterogeneous catalyst for methyl ester production, *React Kin Mech Catal* 99(2):269-280.
- Francisco M., Cardoso W., Gushikem Y., Landers R., Kholin Y., 2004, Surface modification with phosphoric acid of $\text{SiO}_2/\text{Nb}_2\text{O}_5$ prepared by the Sol-Gel method: structural-textural and acid sites studies and an ion exchange model, *Langmuir* 20(20):8707-8714.
- Liu C., Zhang C., Liu K., Wang Y., Fan G., Sun S., Li Y., 2015, Aqueous-phase hydrolysis of glucose to value-added chemicals and biofuels: A comparative study of active metals, *Biomass Bioenergy* 72:189-199.
- Nowak I., Ziolek M., 1999, Niobium compounds: preparation, characterization, and application in heterogeneous catalysis, *Chem Rev* 99(12):3603-3624.
- Okuhara T., 2002, Water-tolerant solid acid catalysts, *Chem Rev* 102(10):3641-3666.
- Reche MT., Osatiashtiani A., Durndell LJ., Isaacs MA., Silva Â., Lee AF., Wilson K., 2016, Niobic acid nanoparticle catalysts for the aqueous phase transformation of glucose and fructose to 5-hydroxymethylfurfural, *Catal Sci Tech* 6(19):7334-7341.
- Rocha AS., Forrester AM., de la Cruz MH., da Silva CT., Lachter ER., 2008, Comparative performance of niobium phosphates in liquid phase anisole benzylation with benzyl alcohol, *Catal Commun* 9(10):1959-1965.
- Sievers C., Musin I., Marzalletti T., Olarte MBV., Agrawal PK., Jones CW., 2009, Acid-catalyzed conversion of sugars and furfurals in an ionic-liquid phase, *ChemSusChem* 2(7):665-671.
- Tanabe K., Okazaki S., 1995, Various reactions catalyzed by niobium compounds and materials, *Appl Catal A: Gen* 133(2):191-218.
- Tathod A., Kane T., Sanil ES., Dhepe PL., 2014, Solid base supported metal catalysts for the oxidation and hydrogenation of sugars, *J Mol Catal A: Chem* 388:90-99.
- Weng Y., Qiu S., Wang C., Chen L., Yuan Z., Ding M., Wang T., 2016, Optimization of renewable C5 and C6 alkane production from acidic biomass hydrolysate over Ru/C catalyst, *Fuel* 170:77-83.
- Zhang L., Xi G., Chen Z., Jiang D., Yu H., Wang X., 2017, Highly selective conversion of glucose into furfural over modified zeolites, *Chem Eng J* 307:868-876.

