

Pilarisasi Lempung dengan Al₂O₃ untuk Agen Pemucat Minyak Sawit

Taslimah^{a*}, Ratna Kusumawardani^a, Choiril Azmiyawati^a

^a Inorganic Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

* Corresponding author: taslimah@live.undip.ac.id

Article Info

Keywords:
clays, pilarizaation,
pale agents

Kata kunci:
lempung, pilarisasi,
agen pemucat

Abstract

Clay pillarization using AlCl₃ as a pillar agent has been conducted. The montmorillonite clay was obtained by separating the clay fraction from bentonite. Pillarization was performed by soaking the Na-montmorillonite clay in a tetramethyl ammonium chloride (TMACl) solution for 24 hours, the separated solid was washed and dried. TMA-montmorillonite was dispersed into 1% AlCl₃ (b/v) solution stirred for 24 hours. The separated solids was washed and dried. The product characterizations were performed using X-ray diffractometer and infrared spectrophotometer and their adsorption capability was determined against crude palm oil. Based on the research it can be concluded that the Al₂O₃ pillared montmorillonite has been successfully synthesized. At the optimum calcination temperature of 300°C, the resulted pillared clay had the greatest blanching ability of 49.68% for crude palm oil with the temperature of 70°C, contact time of 60 minutes and a dilution factor of 200.

Abstrak

Telah dilakukan pilarisasi lempung dengan menggunakan AlCl₃ sebagai agen pemilar, Lempung montmorillonit diperoleh dengan memisahkan fraksi lempung dari bentonit. Pilarisasi dilakukan dengan merendam lempung Na-montmorillonit dalam larutan tetrametil ammonium klorida (TMACl) selama 24 jam, padatan terpisahkan dicuci dan dikeringkan. TMA-montmorillonit didispersikan ke dalam larutan AlCl₃ 1%(b/v) diaduk selama 24 jam. Padatan dipisahkan dicuci dan dikeringkan. Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer infra merah, dan kemampuan adsorpsinya ditentukan terhadap minyak kelapa sawit mentah. Berdasarkan penelitian dapat disimpulkan bahwa pilarisasi lempung montmorillonite dengan Al₂O₃ telah berhasil dilakukan. Suhu optimum kalsinasi pada suhu 300°C menghasilkan lempung terpillar dengan daya pemucatan yang paling besar yakni 49,68% untuk pemucatan minyak sawit mentah pada suhu 70°C dengan waktu kontak 60 menit dan faktor pengenceran 200.

1. Pendahuluan

Bentonit adalah salah satu jenis bahan galian yang ketersediaannya di Indonesia cukup melimpah, bentonit banyak digunakan sebagai bahan baku pembantu dalam industri seperti industri kaca, marmar, keramik, migas, semen, industri minyak sawit dan lain-lain. Penggunaan bentonit yang lain adalah sebagai katalis atau adsorben

dalam berbagai bidang seperti pada industri minyak kelapa sawit [1, 2]

Bentonit adalah istilah perdagangan yang digunakan untuk lempung samektit yang mengandung paling tidak 85% montmorillonit dengan rumus kimia Al₂O₃.4SiO₂.xH₂O. Di alam terdapat dua jenis bentonit yakni natrium bentonit yang bersifat dapat

mengembang lebih tinggi, jenis bentonit ini banyak digunakan sebagai bahan untuk lumpur sedang kalsium bentonit yang sifat mengembangnya lebih rendah banyak digunakan sebagai adsorben. Kemampuan bentonit alam sebagai adsorben masih rendah, karenanya perlu adanya perlakuan tertentu pada bentonit untuk meningkatkan kemampuan adsorpsinya [3-5].

Lempung smektit mempunyai struktur yang berlapis sehingga mempunyai potensi untuk mengembangkan dan mempekecil ruang antar lapis, berdasarkan adanya ruang antar lapis tersebut maka dapat dilakukan modifikasi ukuran ruang antar lapis pada lempung [3]. Dalam penelitian ini dilakukan modifikasi ukuran ruang antar lapis lempung dengan pemiliran menggunakan Al_2O_3 . Lempung terpillar yang diperoleh akan mempunyai ukuran ruang antar lapis yang lebih besar diharapkan mempunyai daya pemucatan minyak sawit mentah yang lebih tinggi dari lempung alam [4, 6]

Pemilihan Al_2O_3 sebagai pemilar karena sifatnya yang stabil sehingga pada aplikasinya dapat digunakan pada suhu yang cukup tinggi.

2. Metodologi Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan meliputi peralatan gelas, oven, difraktometer sinar-X, centrifuse, furnace, spektrofotometer UV-Vis, ayakan, kertas whatman 41, thermometer.

Bahan kimia yang digunakan adalah lempung alam dari Boyolali, tetrametil- ammonium klorida, natrium klorida, ammonium hidrosida, aluminium klorida, minyak kelapa sawit mentah

Cara Kerja

1. Pencucian lempung alam menggunakan air
2. Pemisahan fraksi montmorillonit dari mineral lain dalam lempung. Fraksi montmorillonit dipisahkan dengan metoda fraksinasi ukuran partikel
3. Lempung 50 gram lempung didispersikan ke dalam 800 mL NH_4OH 2%, diaduk selama 15 menit, suspensi yang terjadi didiamkan selama 10, 20, 30, 60 menit, 1 hari dan 2 hari, Suspensi dituang, padatan yang diperoleh dikeringkan pada $100^\circ C$ selama 8 jam. Hasilnya adalah fraksi montmorillonit.
4. Pengubahan Ca-montmorillonit menjadi Na-montmorillonit. Fraksi montmorillonit sebanyak 40 gram didispersikan ke dalam 700 mL larutan NaCl 1M, diaduk selama 24 jam, padatan dipisahkan dan dicuci dengan akuades hingga netral kemudian dikeringkan pada $100^\circ C$ selama 8 jam. Hasil yang diperoleh merupakan Na- montmorillonit.
5. Pilarisasi montmorillonit.

- a. Lempung Na-montmorillonit sebanyak 28,4 gram didispersikan ke dalam 500 mL larutan TMACl 1%(b/v), diaduk selama 24 jam. Padatan dipisahkan, dicuci hingga netral kemudian dikeringkan.
- b. Lempung TMA-montmorillonit sebanyak 14 gram didispersikan ke dalam larutan $AlCl_3$ 1%(b/v), diaduk selama 24 jam, padatan dipisahkan kemudian dikeringkan, selanjutnya dikalsinasi dengan variasi suhu 300, 400, dan $500^\circ C$. Karakterisasi lempung sebelum maupun sesudah perlakuan dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer infra merah.

6. Pemucatan minyak kelapa sawit mentah

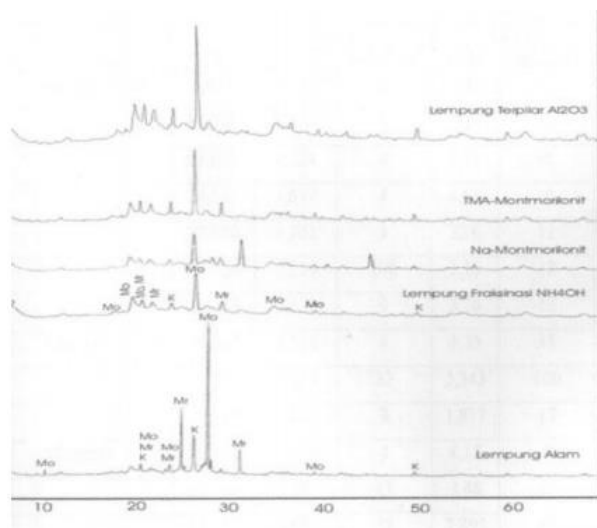
Sebanyak 0,1 gram lempung terpillar ditambahkan ke dalam 4 mL minyak kelapa sawit mentah, campuran diaduk dengan variasi waktu kontak 10,20,30,60, 75, 90 dan 120 menit, minyak dipisahkan. Daya pemucatan lempung dan angka asam minyak ditentukan dengan mengukur nilai absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan angka asam ditentukan dengan metoda titrasi. Lempung sebelum dan sesudah adsorpsi dikarakterisasi dengan spektrofotometer infra merah.

3. Hasil dan Pembahasan

Pilarisasi Lempung

Keberadaan lempung di alam selalu bersamaan dengan komponen-komponen lain seperti pasir, debu ataupun mineral-mineral lain. Untuk memperoleh fraksi lempung yang relatif lebih murni perlu dilakukan pemisahan. Pencucian lempung menggunakan air bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik maupun anorganik yang dapat larut dalam air.

Lempung merupakan fraksi halus dari tanah yang mempunyai ukuran $< 0,002\mu m$, karena itu lempung dapat dipisahkan dari fraksi lain yang lebih besar berdasarkan berat jenisnya dalam suatu media, dua jenis partikel dengan masa jenis yang berbeda tidak mungkin memiliki distribusi ukuran partikel yang sama. Dalam hal ini media yang digunakan adalah larutan NH_4OH 2%, sesuai dengan masanya, partikel dengan masa yang besar akan mengendap sedang partikel dengan masa yang ringan akan terdispersi dalam media tersebut dan terpisah dari fraksi yang lebih berat. Mineral komponen peyusun lempung alam ditentukan dengan metoda difraksi sinar-X, pola difraktogram lempung alam dan lempung yang telah mengalami perlakuan disajikan pada gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram: lempung alam, hasil fraksinasi dengan NH_4OH , Na- Montmorillonit, TMA- monmori- lonit, lempung terpolir Al_2O_3 . Mr = mordenit; Mo= monmori-lonit dan K = kuarsa

Berdasarkan identifikasi difraktogram dengan mengacu nilai harga basal spacing dari mineral standar (ASTM) mineral komponen penyusun lempung alam adalah montmorillonit, kuarsa dan mordenit, yang ditandai munculnya puncak utama pada sudut difraksi berturut-turut $5,900$; $26,78^\circ$; $25^\circ, 469^\circ$.

Difraktogram lempung hasil fraksinasi dengan NH_4OH 2%, mempunyai pola yang sama dengan difraktogram lempung asal tetapi terjadi pergeseran sudut difraksi puncak difraktogram ke arah sudut difraksi yang rendah dari $5,90$ menjadi $5,66^\circ$ yang berarti bahwa nilai harga basal spacingnya lebih besar dari sebelum fraksinasi hal ini diduga sebagai akibat terjadinya pertukaran kation yang kurang sempurna sedang intensitasnya dan ketajaman puncaknya mengalami penurunan yang mengindikasikan kristalinitasnya menurun akibat perlakuan dengan NH_4OH .

Perubahan dari Ca-montmorillonit menjadi Na-montmorillonit intensitasnya sedikit menurun, dalam hal ini terjadi perubahan ukuran ruang antar lapis menjadi lebih besar karena pergantian kation Ca^{2+} oleh Na^+ yang ditunjukkan terjadinya pergeseran sudut difraksi dari $5,64^\circ$ menjadi $5,46^\circ$, ukuran Na^+ lebih kecil dari Ca^{2+} tetapi basal spacing menjadi sedikit lebih besar kemungkinan hal ini karena Ca digantikan oleh 2 Na atau Na^+ masih dalam bentuk terhidratnya sehingga basal spacing menjadi sedikit lebih besar. Pada TMA montmorillonit pergeseran sudut difraksi dari $5,46^\circ$ menjadi $5,26^\circ$ ukuran ruang antar lapis menjadi lebih besar lagi.

Pilarisasi lempung dengan Al_2O_3 tidak dapat dilakukan secara langsung tetapi melalui tahapan dari lempung Ca yang kurang mengembang menjadi lempung-Na yang dapat mengembang dengan baik, pada keadaan ini pemilar dapat dimasukkan ke dalam lempung (dalam media air). TMA yang dimasukkan

berperan sebagai pilar sementara untuk memasukkan ion $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6$. Pada proses kalsinasi TMA akan teruapkan sedang $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ akan teroksidasi menjadi Al_2O_3 . Adanya kalsinasi menyebabkan kristalinitas dari lempung meningkat, hal ini ditandai oleh meningkatnya intensitas dan tajamnya puncak difraktogram. Terbentuknya Al_2O_3 ditandai terjadinya pergeseran sudut difraksi ke arah sudut yang lebih besar dari sudut difraksi pada TMA- montmorillonit yakni dari $2\theta = 5,26$ ($d=16,787$) menjadi $2\theta = 5,600$ ($d = 15,768$).

Pemucatan Minyak Kelapa Sawit Mentah.

Minyak kelapa sawit mentah mempunyai warna merah-oranye yang kuat, hal ini tidak disukai oleh konsumen. Intensitas warna tersebut dapat diturunkan dengan menggunakan adsorben.

Pemucatan minyak kelapa sawit mentah dengan menggunakan lempung terpolir dilakukan pada suhu 70°C , variasi waktu kontak untuk menentukan waktu kontak optimum, dengan variasi suhu kalsinasi adsorben, intensitas warnanya diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada $\lambda_{\text{maks}} = 478$ nm hasil pengukuran disajikan berikut:

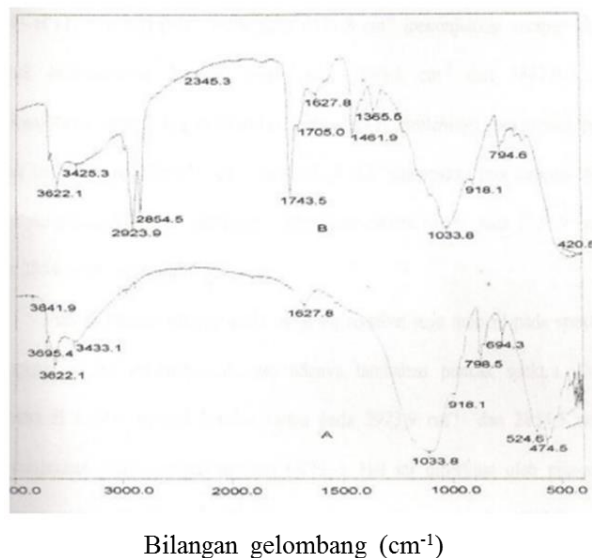
Temperatur. kalsinasi ($^\circ\text{C}$)	absorbansi	Daya pemucatan (%)
300	0,551	41
400	0,693	25,80
500	0,560	40,04
Minyak asal	0,934	-

Pada pengukuran absorbansi karena intensitas warna minyak terlalu pekat maka dilakukan pengenceran minyak dengan faktor pengenceran 200 dengan yang sama menggunakan pelarut n-heksan. Dari percobaan variasi waktu kontak adsorpsi diperoleh waktu kontak optimum adalah 60 menit.

Berdasarkan data tersebut di atas suhu kalsinasi 300°C adalah suhu optimum kalsinasi yang memberikan daya pemucatan yang paling besar yakni 41 %. Perbedaan suhu kalsinasi memberikan daya pemucatan yang berbeda, hal ini kemungkinan karena pada suhu kalsinasi yang berbeda jenis fasa pilar Al_2O_3 yang dihasilkan berbeda, pada suhu 300°C oksida yang terbentuk adalah γ -alumina yang stabil, pada suhu 500°C kalsinasi oksida yang terbentuk adalah P-alumina sedangkan pada suhu 400°C oksida yang terbentuk adalah fasa transisi antara γ -alumina dengan P-alumina. Fasa transisi dari alumina merupakan fasa yang belum stabil sehingga ukuran ruang antar lapispun masih mengalami perubahan karenanya kemampuan adsorpsi dari adsorben dengan suhu kalsinasi 400°C lebih rendah.

Berkurangnya intensitas warna dari minyak disebabkan terjadinya adsorpsi zat warna dan atau zat-zat tertentu dari minyak oleh adsorben, untuk memperkuat dugaan tersebut dilakukan analisis adsorben sebelum dan sesudah adsorpsi dengan

menggunakan spektrofotometer inframerah, spektra disajikan pada gambar 2.



Gambar 2. Spektra IR lempung terpilar sebelum(A) dan sesudah(B) adsorpsi.

Ada perbedaan pola spektra lempung terpilar sebelum dan sesudah adsorpsi pada gambar di atas, terlihat bahwa muncul puncak-puncak serapan baru yang tidak dijumpai pada spektra lempung sebelum adsorpsi (A). Puncak serapan baru pada spektra B adalah dua puncak yang berdekatan pada bilangan gelombang 2923,9 dan 2854,5 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus $-\text{CH}_2-$ yang diperkuat oleh munculnya pita serapan pada 1461,9 cm^{-1} sebagai overtonenya.

Puncak serapan pada 1365 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus metil ($-\text{CH}_3$) [7]. Pita serapan kecil disekitar 730 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus alkil yang mengandung tiga gugus metilen yang berdekatan ($-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$), gugus metil dan metilen tersebut diduga berasal dari gugus yang ada pada P-karoten dan tokoferol dari minyak.

Pita serapan yang tajam pada 1743,5 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus C=O ester dari trigliserida yang ikut teradsorpsi atau hasil oksidasi tokoferol pada saat adsorpsi (pada 70°C) sedang pita serapan pada 1705,0 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus C=C dari P-karoten.

Dari pembahasan tersebut di atas dapat dinyatakan bahwa komponen minyak sawit mentah yang terserap oleh adsorben adalah asam lemak bebas, P-karoten, tokoferol, dan hasil oksidasi tokoferol.

4. Kesimpulan

Dari pembahasan di atas disimpulkan bahwa pilarisasi bentonit dengan Al_2O_3 telah berhasil dilakukan. Suhu optimum Kalsinasi dicapai pada suhu 300°C menghasilkan bentonit terpilar dengan daya pemucatan yang paling besar. Daya pemucatan sebesar 49,68% dicapai untuk pemucatan minyak sawit mentah pada suhu 70°C dengan waktu kontak 60 menit.

5. Daftar Pustaka

- [1] P.S. Samuel, Potensi dan Prospek Pengembangan Industri Bentonit di Indonesia, Deputi Teknologi Industri Rancang Bangun dan Rekayasa, BPPT, Jakarta, 2004.
- [2] Yan Fauzi, Yustina Erna Widayastuti, Iman Satyawibawa, Rudi Hartono, Kelapa sawit: usaha budidaya, pemanfaatan hasil dan aspek pemasaran, Penebar Swadaya, 1992.
- [3] P. Cool, E. F. Vansant, Pillared Clays: Preparation, Characterization and Applications, in: Synthesis, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1998, pp. 265-288.
- [4] F. Figueras, Pillared Clays as Catalysts, Catalysis Reviews, 30 (1988) 457-499.
- [5] J.E. Gillott, Clay in Engineering Geology, Elsevier Pub. Co., Amsterdam, 1968.
- [6] J. Oscik, Adsorption, Ellis Horwood, 1982.
- [7] Sastrohamidjojo Hardjono, Spektroskopi, Yogyakarta: Liberty, 102 (1991).