

PENGARUH DEGRADASI PELUMAS BEKAS MENGGUNAKAN TiO_2 /ZEOLIT TERHADAP KANDUNGAN Mg DAN Na SECARA FOTOLISIS

THE EFFECT OF USED LUBRICANT DEGRADATION USING TiO_2 /ZEOLITE ON Mg AND Na CONTENT BY PHOTOLYSIS

Zilfa*, Safni, dan Desra Welly
Applied Laboratory, Department of Chemistry, Faculty of Mathematic and Natural Sciences, Andalas University Limau Manis, Padang

*Email: zilfa@sci.unand.ac.id

Abstrak

Pelumas bekas merupakan salah satu limbah yang termasuk dalam limbah B3, pelumas bekas mengandung logam berat yang dapat mencemari lingkungan dan berbahaya bagi makhluk hidup. Pelumas bekas mengandung logam yaitu Pb, Zn, Ca, Ba, Na dan Mg yang dapat merusak mesin kendaraan. Penerapan metode fotolisis bertujuan untuk mendegradasi logam Mg dan Na pada pelumas bekas menggunakan katalis TiO_2 /Zeolit. Analisis kandungan logam Mg dan Na pada pelumas bekas diukur dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS), sedangkan analisis pelumas bekas sebelum dan sesudah degradasi menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR), dan selanjutnya karakterisasi TiO_2 /Zeolit sebelum dan sesudah degradasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan FTIR. Hasil degradasi menunjukkan, untuk logam Mg dan Na pada pelumas bekas, waktu optimum degradasi logam Mg dan Na adalah 15 menit, untuk jumlah optimum katalis degradasi logam Mg dan Na adalah 0,4 gram, dan volume optimum pelumas bekas untuk degradasi logam Mg dan Na adalah 10 mL dengan persentase degradasi 83,37% Mg dan 74,98% Na. Karakterisasi TiO_2 /Zeolit dengan menggunakan XRD menunjukkan tidak adanya perubahan struktur TiO_2 /Zeolit. Berdasarkan data tersebut, katalis TiO_2 yang didukung oleh zeolit dapat digunakan untuk mendegradasi logam Mg dan Na pada pelumas bekas. Karakterisasi pelumas bekas menggunakan FTIR menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang sebelum dan sesudah degradasi yang mengindikasikan adanya proses degradasi.

Kata kunci : Degradasi, fotolisis, Pelumas bekas, TiO_2 /Zeolit

Abstract

Used lubricants are a type of hazardous waste that contains heavy metals that can pollute the environment and are harmful to living things. Used lubricants contain metals such as Pb, Zn, Ca, Ba, Na, and Mg, which can damage vehicle engines. The application of the photolysis method aims to degrade Mg and Na metals in used lubricants using a TiO_2 /Zeolite catalyst. The analysis of Mg and Na metal content in used lubricants was measured using an Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS), while the analysis of used lubricants before and after degradation was performed using Fourier Transform Infrared (FTIR). Furthermore, the characterization of TiO_2 /Zeolite before and after degradation was performed using X-Ray Diffraction (XRD) and FTIR. The degradation results show that for Mg and Na metals in used lubricants, the optimum degradation time for Mg and Na metals is 15 minutes, the optimum amount of catalyst for Mg and Na metal degradation is 0.4 grams, and the optimum volume of used lubricants for Mg and Na metal degradation is 10 mL with a degradation percentage of 83.37% Mg and 74.98% Na. Characterization of TiO_2 /Zeolite using XRD shows no change in the structure of TiO_2 /Zeolite. Based on this data, TiO_2 catalyst supported by zeolite can be used to degrade Mg and Na metals in used lubricants. Characterization of used lubricants using FTIR shows a shift in wave numbers before and after degradation, indicating a degradation process.

Keywords: Degradation, photolysis, Used lubricant, TiO_2 /Zeolite

PENDAHULUAN

Minyak pelumas, yang sering disebut oli, merupakan komponen utama dalam dunia

permesinan (Hasyim UH, 2016). Pelumas terdiri dari campuran hidrokarbon yang kompleks, minyak pelumas digunakan pada berbagai jenis kendaraan serta mesin (Mohammed et al, 2013).

Fungsi utamanya adalah melumasi dan mengurangi gesekan antar bagian mesin. Selain itu, minyak pelumas juga berperan sebagai penghantar panas untuk mencegah mesin mengalami panas berlebih (*overheat*) (Purba R, dan Tarigan K, 2020). Seiring berkembangnya industri kendaraan, kebutuhan akan pelumas semakin meningkat. Akibatnya, jumlah pelumas bekas yang dihasilkan dari kendaraan juga bertambah. Pelumas bekas banyak mengandung berbagai logam, seperti Mg, Na, Fe, Cu, Al, Cr, Mn, K, Pb, Zn, Ca, dan Ba. Selain itu, pelumas bekas mengandung senyawa hidrokarbon dan naftalen, seperti benzen yang dapat memengaruhi kinerja mesin (Suprianto, A dkk, 2018). Penggunaan pelumas bekas masih umum pada kapal nelayan dan kendaraan pabrik dapat menyebabkan kerusakan pada mesin. Salah satu cara untuk mengatasi limbah pelumas bekas dapat dilakukan dengan metode degradasi untuk menurunkan kadar logam pada pelumas bekas yang dapat membahayakan mesin (Hasyim UH, 2016).

Metode degradasi bisa dilakukan dengan cara fotolisis, sonolisis, dan ozonolisis. Di antara metode tersebut, fotolisis dapat mengurai senyawa organik. Fotolisis merupakan penguraian suatu senyawa dengan bantuan energi foton. Energi foton akan mengenai sampel dan dipecah H_2O menjadi $\bullet OH$. Radikal hidroksil ($\bullet OH$) akan mengurai senyawa organik pada pelumas bekas menjadi senyawa sederhana yang tidak berbaya seperti H_2O dan CO_2 (Zilfa dkk, 2021). Untuk mencapai hasil degradasi yang optimal TiO_2 ditambahkan sebagai katalis. TiO_2 adalah senyawa yang dikenal efektif sebagai katalis karena sifatnya semikonduktor, kestabilannya, band gap yang kecil yaitu 3,2 eV, dan kekuatan oksidasi yang tinggi. Untuk meningkatkan ukuran partikel TiO_2 dapat digunakan material tambahan seperti zeolit. Zeolit memiliki pori yang besar dan dapat meningkatkan luas permukaan TiO_2 , sehingga pembentukan $\bullet OH$ meningkat dan persen degradasinya juga akan meningkat. Karena, TiO_2 /Zeolit terjadi simultan antara degradasi dan penyerapan (Wang, S dan Peng, Y, 2010) (Atikah WS, 2017). Zeolit juga efektif dalam menghilangkan senyawa anorganik, organik, organologam

Berdasarkan uraian di atas, penulis telah melakukan penelitian mengenai Pengaruh Degradasi Pelumas Bekas Menggunakan TiO_2 /Zeolit Terhadap Kandungan Mg Dan Na

Secara Fotolisis. Hasil ini digunakan untuk efektivitas kinerja fotolisis menggunakan TiO_2 /Zeolit untuk penurunan kadar magnesium (Mg) dan natrium (Na) dari pelumas bekas. Sehingga, tidak ada lagi pemakainya pelumas bekas yang dapat merusak mesin.

METODE PENELITIAN

Bahan kimia

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pelumas bekas (Faston), Zeolite Clinoptilolite Lubuak Salasiah, ZnO (Merck), $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (Merck), $NaCl \cdot 2H_2O$ (Merck), HCl (Merck), NaCl (Merck), $AgNO_3$ (Merck), akuades, kertas saring, dan kertas pH.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas (gelas piala, erlenmeyer, labu ukur, petridish, batang pengaduk, pipet takar, pipet gondok), neraca analitik (KERN AJ 220-4M), Lampu UV (Luster BLB 10 W-TB) dengan $\lambda = 365$ nm, ayakan (Fritsch, Germany), magnetic stirrer (Thermo Scientific), sentrifus (Thermo Scientific), oven (Mettler), furnace, AAS (Varian SpectrAA-400 spectrometer), Spektrofotometer UV-Vis (SHIMADZU UV-1280), FTIR (Perkin Elmer Frontier C90704), dan XRD (XPert PRO PAN alitycal).

Perlakuan Awal Sampel Pelumas Bekas

Sampel pelumas bekas diambil dari 3 mobil berbeda menggunakan merek oli yang sama yaitu faston. Ketiga sampel tersebut dihomogenkan dan diaduk hingga menghasilkan 1 L pelumas bekas. 500 mL pelumas bekas diambil dan dimasukkan kedalam gelas piala 2,5 L, ditambahkan 1.275 mL etanol dan 56,53 g KOH kedalam gelas piala. Diaduk menggunakan stirrer selama 1 jam dengan suhu $60^\circ C$. Setelah diaduk larutan didiamkan selama 1 jam. Kemudian disaring menggunakan kertas saring dan didapatkan filtrat.

Penentuan Kandungan Mg dan Na pada Pelumas Bekas

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dan dilakukan proses destruksi dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

Larutan dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Konsentrasi dihitung.

Sintesis Katalis TiO_2 /Zeolit

Zeolit digerus dan diayak dengan 320 mesh, 300 gr zeolit diaktivasi menggunakan HCL 0,2 M, selanjutnya dijenuhkan dengan NaCl 0,01 M. Setelah itu 75 gr zeolit yang telah dijenuhkan dimasukkan ke dalam gelas piala 250 ml, kemudian dimasukkan 100 ml aquades. Selanjutnya 3 gr ZnO ditambahkan secara perlahan-lahan sambil diaduk selama 5 jam. Campuran TiO_2 /Zeolit disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C. Setelah itu campuran digerus dan diayak dengan ayakan 150 mesh, kemudian dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 10 jam. (Wang, S dan Peng, Y, 2010)

Penentuan Kondisi Optimum Degradasi

a. Pengaruh Waktu Fotolisis terhadap Kandungan Mg dan Na Pada Pelumas Bekas Tanpa Katalis TiO_2 /Zeolit

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dimasukkan masing-masing kedalam 5 petridish. Sampel kemudian difotolisis dengan variasi selama 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Setelah proses fotolisis, larutan disaring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

b. Pengaruh Jumlah Katalis TiO_2 /Zeolit terhadap Kandungan Mg dan Na Pada Pelumas Bekas

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dimasukkan masing-masing kedalam 5 petridish. Setelah itu, TiO_2 /Zeolit ditambahkan dengan variasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1,0 g ke dalam masing-masing petridish. Sampel kemudian difotolisis dengan waktu Mg selama 15 menit dan Na selama 30 menit. Setelah proses fotolisis, larutan disaring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel

dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

c. Pengaruh Waktu Fotolisis terhadap Kandungan Mg dan Na Pada Pelumas Bekas dengan Katalis TiO_2 /Zeolit

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dimasukkan masing-masing kedalam 5 petridish. Setelah itu, katalis dengan massa sebesar 0,4 gram ditambahkan masing-masingnya. Sampel kemudian difotolisis dengan variasi waktu selama 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Setelah proses fotolisis, larutan disaring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

d. Pengaruh Volume Sampel terhadap Kandungan Mg dan Na Pada Pelumas Bekas dengan Katalis TiO_2 /Zeolit

Sampel pelumas bekas dari hasil perlakuan sampel dipipet dengan variasi volume 5, 10, 15, 20, 25 mL, dimasukkan masing-masing kedalam 5 petridish. Setelah itu, katalis ditambahkan sebanyak 0,4 gram. Proses fotolisis dilakukan dengan waktu Mg dan Na selama 15 menit. Setelah proses fotolisis, larutan disaring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

e. Pengaruh Waktu Fotolisis terhadap Kandungan Mg dan Na Pada Pelumas Bekas dengan Penambahan Katalis TiO_2

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dimasukkan masing-masing kedalam 5 petridish. Selanjutnya, ditambahkan

0,015 gram TiO_2 . Fotolisis dilakukan dengan variasi waktu selama 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Setelah proses fotolisis, larutan disaring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

f. Pengaruh Waktu Fotolisis terhadap Kandungan Mg dan Na Pada Pelumas Bekas dengan Penambahan Katalis Zeolit

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dimasukkan masing-masing kedalam 5 petridish dan ditambahkan zeolit seberat 0,3846 gram. Proses fotolisis dilakukan dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Setelah proses fotolisis, larutan disaring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

g. Perbandingan Hasil Degradasi terhadap Penurunan Konsentrasi Mg dan Na dengan Katalis TiO_2 /Zeolit Menggunakan Metode Fotolisis dan Tanpa Fotolisis

10 mL sampel pelumas bekas dipipet dari hasil perlakuan sampel dimasukkan masing-masing kedalam 10 petridish dan katalis ditambahkan dengan massa sebesar 0,4 gram masing-masingnya. 5 petridish dilakukan fotolisis dan 5 petridish dilakukan tanpa fotolisis dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Larutan disaring dengan kertas saring dan proses destruksi dilakukan dengan ditambahkan 5 mL HCl pekat dan 5 mL HNO_3 pekat. Sampel dipanaskan hingga asap kuning pada larutan hilang sepenuhnya. Setelah itu, sampel dipindahkan ke labu ukur 25 mL, dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok hingga homogen, dan absorban diukur menggunakan SSA dengan

panjang gelombang yang sesuai untuk logam Mg dan Na. Persen degradasi dihitung.

Analisa Sampel Sebelum dan Setelah Degradasi Fotolisis Menggunakan FTIR dan Spektrofotometer UV-Vis

Sampel Pelumas bekas sebelum dan setelah degradasi dianalisis dengan menggunakan FTIR dan Spektrofotometer UV-Vis untuk melihat hasil degradasi pelumas bekas sebelum dan sesudah degradasi.

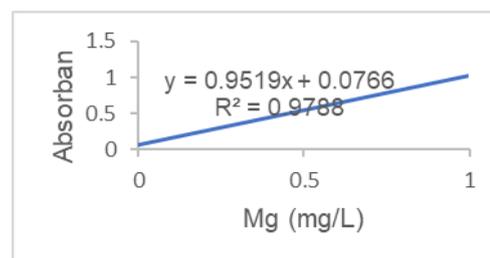
Karakterisasi Katalis TiO_2 /Zeolit Sebelum dan Sesudah Degradasi Menggunakan FTIR dan XRD

TiO_2 /Zeolit sebelum dan setelah degradasi disiapkan dalam keadaan kering. Karakterisasi menggunakan FTIR untuk melihat perubahan dan pergeseran gugus fungsinya, Karakterisasi dengan menggunakan XRD dilakukan untuk melihat perubahan struktur kristalnya.

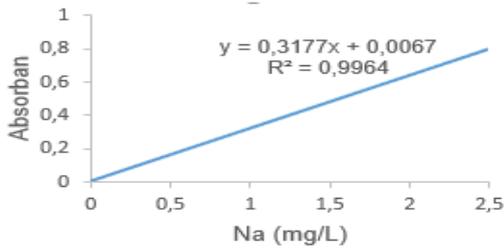
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan kurva kalibrasi standar dan kadar Mg dan Na

Kurva kalibrasi larutan standar Mg dan Na pada Panjang gelombang 285,2 nm logam Na dan 589,6 nm logam Mg (Zilfa dkk, 2015) (Zilfa, 2007). Kurva kalibrasi Mg dan Na dapat dilihat pada gambar 1, hal tersebut menunjukkan bahwa persamaan regresi dengan R^2 0,9785 pada logam Mg dan R^2 0,9964 pada logam Na, menunjukkan bahwa R^2 berada pada kisaran $0,9 \leq R^2 \leq 1$ yang menandakan kurva kalibrasi larutan standar Mg dan Na teliti. Untuk kadar awal Mg pada pelumas bekas konsentrasinya 16,25 mg/L dan kadar awal Na konsentrasinya 41,1875 mg/L.



(a)

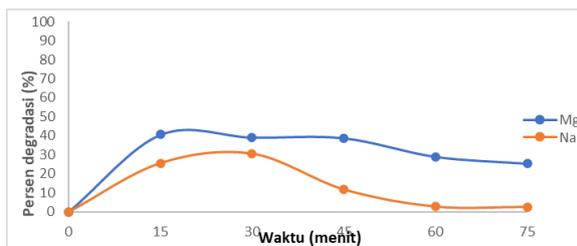


(b)

Gambar 1. Kurva Kalibrasi Standar (a) Mg dan (b) Na

Pengaruh Waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na tanpa katalis TiO₂/Zeolit

Penentuan variasi waktu fotolisis terhadap persen terhadap penurunan kandungan logam tanpa katalis dengan memvariasikan waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Hasil degradasi pada gambar 2 menunjukkan waktu optimum degradasi Mg pada waktu 15 menit dengan persen degradasi 40,62% dan Na pada waktu 30 menit persen dengan persen degradasi 25,26%. Tanpa katalis persen degradasinya rendah dan penurunan kadar logam Mg dan Na sedikit, dikarenakan tidak ada katalis yang dapat mempercepat proses fotolisis dalam pembentukan •OH.

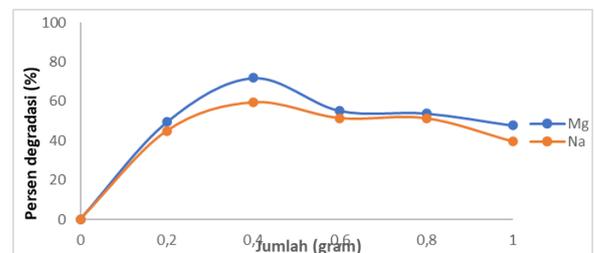


Gambar 2. Pengaruh waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na tanpa katalis

Waktu optimum degradasi Mg pada waktu 15 menit dengan persen degradasi 40,62% dan Na pada waktu 30 menit persen dengan persen degradasi 25,26%. Tanpa katalis persen degradasinya rendah dan penurunan kadar logam Mg dan Na sedikit, dikarenakan tidak ada katalis yang dapat mempercepat proses fotolisis dalam pembentukan •OH. Setelah mencapai waktu optimum persen degradasinya rendah, hal ini terjadi karena energi foton mengenai sampel dan dipecah H₂O membentuk •OH sudah mencapai tahap (Zilfa dkk, 2021).

Pengaruh jumlah katalis TiO₂/Zeolit terhadap kandungan Mg dan Na

Penentuan pengaruh jumlah katalis TiO₂/Zeolit dibuat variasinya 0,2; 0,4; 0,6; 0,8, dan 1 gram dengan waktu fotolisis untuk logam Mg 15 menit dan Na 30 menit. Hasil degradasi pada gambar 3 menunjukkan jumlah optimum katalis untuk Mg 0,4 gram dengan persen degradasinya 71,80% dan Na 0,4 gram dengan persen degradasinya 59,44%. TiO₂/Zeolit menyerap energi foton akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang menyebabkan pembentukan hole yang berisi elektron. Hole ini akan menarik molekul air dan membentuk Radikal Hidroksi (•OH) yang akan mengurai senyawa dan menurunkan kadar Mg dan Na pada pelumas bekas. Pada proses ini terjadi simultan degradasi dan adsorbs. Semakin banyak penambahan katalis, terjadi kejenuhan pada sampel yang ditandai dengan kenaikan nilai absorban. Sehingga, absorban awal dan absorban akhir besar yang menyebabkan penurunan persen degradasi (Ji, Q at all, 2017) (Zilfa dkk, 2021).

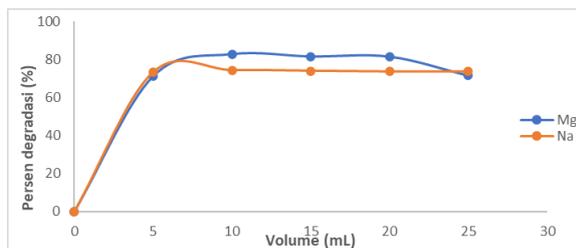


Gambar 3. Pengaruh penambahan katalis TiO₂/Zeolit terhadap kandungan Mg dan Na

Pengaruh waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na dengan katalis TiO₂/Zeolit

Pengaruh waktu dengan penambahan TiO₂/Zeolit 0,4 gram dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Hasil degradasi pada gambar 4. menunjukkan bahwa waktu optimum untuk menurunkan konsentrasi logam Mg dan Na pada waktu 15 menit dengan persen degradasi Mg sebesar 81,82 % dan Na sebesar 72,40 %. TiO₂/zeolit berperan meningkatkan efisiensi degradasi. Dengan adanya katalis

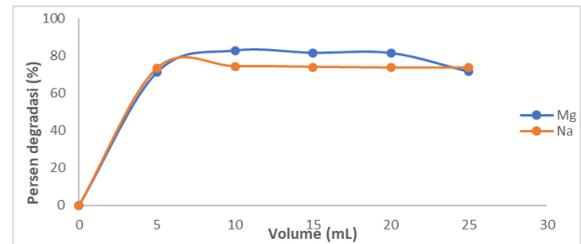
TiO₂/zeolit pembentukan •OH semakin meningkat sehingga dapat meningkatkan persen degradasi dengan menurunnya kadar Mg dan Na. Setelah mencapai waktu optimum terjadi penurunan persen degradasi, hal ini terjadi karena semakin lama waktu fotolisis akan terbentuk H₂O₂ dan terjadi penurunan persen degradasi. Selain itu, semakin lama waktu fotolisis kadar Mg dan Na pada pelumas bekas menurun (Andari, ND and Wardhani, 2018).



Gambar 4. Pengaruh waktu fotolisis kandungan Mg dan Na dengan penambahan katalis TiO₂/Zeolit

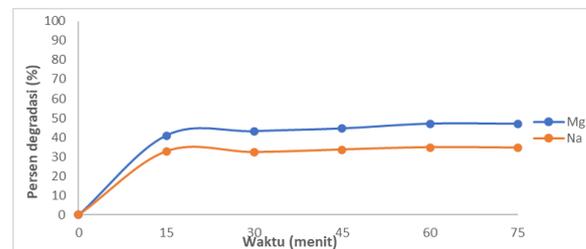
Pengaruh volume sampel terhadap kandungan Mg dan Na dengan katalis TiO₂/Zeolit

Pengaruh volume sampel digunakan variasi volume 5, 10, 15, 20, dan 25 mL dengan katalis 0, 4 gram dan waktu fotolisis 15 menit. Hasil degradasi pada gambar 5 menunjukkan bahwa volume optimum untuk penurunan konsentrasi Mg dan Na pada volume sampel 15 menit, dengan persen degradasi Mg 82,87% dan persen degradasi Na 74,40%. Setelah volume sampel lebih dari 10 mL terjadi penurunan persen degradasi, hal ini disebabkan kemampuan radikal OH yang terbentuk sudah mencapai optimum pada volume 10ml dan bertambahnya volume sampel, kemampuan radikal OH memutus ikatan pada senyawa dalam sampel tidak maksimum dan efektif lagi. Disamping itu sebagian dari senyawa dalam sampel tidak terserap oleh adsorben karna jumlahnya yang terlalu banyak dan adsorben sudah mencapai titik jenuh sehingga tidak dapat lagi melakukan penyerapan, menyebabkan nilai persen degradasinya menurun (Ji, Q at all, 2017).



Gambar 5. Pengaruh volume sampel terhadap kandungan Mg dan Na dengan penambahan TiO₂/Zeolit

Pengaruh waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na dengan katalis TiO₂ Dilakukan



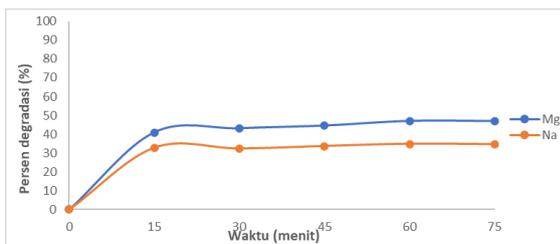
Gambar 6. Pengaruh waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na dengan penambahan TiO₂

penambahan TiO₂ sebanyak 0,0154 gram dari perbandingan TiO₂/Zeolit yaitu 1:25. Dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Hasil degradasi gambar 6 memperlihatkan pada saat penambahan katalis TiO₂ terjadi proses fotokatalisis, dimana ketika TiO₂ disinari UV maka elektron akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi yang akan menghasilkan *hole* (kekosongan) pada pita valensi dan elektron pada pita konduksi. *Hole* yang dihasilkan dapat bereaksi dengan air dan memecah menjadi radikal hidroksil (•OH), sedangkan elektron pada pita konduksi dapat bereaksi dengan molekul oksigen menghasilkan radikal superoksida (O₂⁻). Gambar 6 juga menunjukkan bahwa waktu optimum fotolisis yaitu selama 60 menit pada logam Mg dan Na, dengan persen degradasi sebesar 59,79% dan 45,97. Dengan penambahan TiO₂, persen degradasinya rendah karena, TiO₂ memiliki luas permukaan yang kecil dan *band gap* kecil sehingga pembentukan •OH sedikit. Selain itu, hanya terjadi proses degradasi oleh TiO₂ tanpa adanya bantuan penyerapan oleh zeolit, sehingga penurunan konsentrasi logam Mg dan Na tidak

semaksimal pada penambahan katalis TiO₂/Zeolit (Liu Xiaohui, 2018).

Pengaruh waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na dengan katalis zeolit

Penentuan pengaruh waktu fotolisis dengan penambahan zeolit sebanyak 0,3846 gram. Penambahan zeolit dengan perbandingan jumlah TiO₂:Zeolit yaitu 1;25¹¹, dari jumlah katalis optimum 0,4 gram dan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit. Hasil degradasi pada gambar 7 menunjukkan bahwa persen waktu degradasi optimum Mg 60 menit dan Na 60 menit, dengan persen degradasi 46,97% dan 34,86% yang menunjukkan bahwa persen degradasi menggunakan zeolit lebih rendah dibandingkan dengan penambahan TiO₂ dan TiO₂/Zeolit. Hal ini terjadi karena, pada proses ini hanya fotolisis dan penyerapan oleh zeolite (Uherli N dkk, 2021).



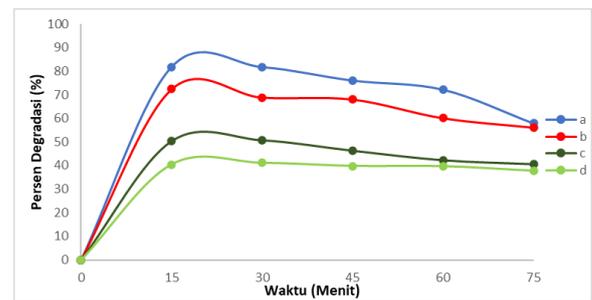
Gambar 7. Pengaruh waktu fotolisis terhadap kandungan Mg dan Na dengan penambahan zeolit

Selain itu, zeolit berfungsi sebagai *support* katalis, setelah mencapai waktu optimum terjadi penurunan persen degradasi yang diakibatkan oleh zeolit dalam jangka waktu yang tertentu efektifitasnya dalam proses penyerapan semakin berkurang dikarenakan terjadinya kejenuhan (Uherli N dkk, 2021).

Perbandingan waktu degradasi terhadap kandungan Mg dan Na dengan TiO₂/Zeolit dengan penyinaran dan tanpa penyinaran

Pengaruh hasil degradasi secara penyinaran dan tanpa penyinaran pada logam Mg dan Na dilakukan dengan penambahan TiO₂/Zeolit 0,4 gram dengan volume sampel 10 mL. Menggunakan variasi waktu 15, 30, 45, 60, dan 75 menit . Hasil degradasi pada gambar 8

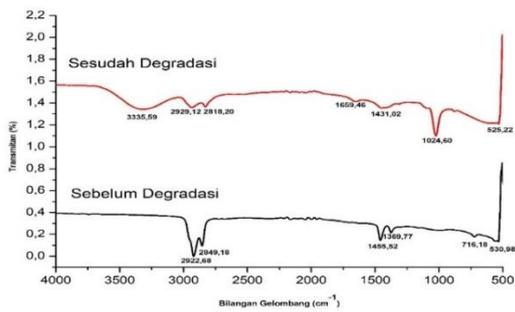
menunjukkan bahwa persen degradasi dengan penyinaran jauh lebih tinggi dibandingkan tanpa penyinaran. Hal ini menunjukkan bahwa dengan penyinaran lebih efektif dalam penurunan kadar logam Mg dan Na dengan persen degradasi Mg dengan dilakukan penyinaran 81,82% dan tanpa penyinaran 50,79%. Sedangkan persen degradasi Na dengan dilakukan penyinaran 72,40% dan tanpa penyinaran 41,10%. Tanpa penyinaran hanya terjadi penyerapan tanpa terbentuknya •OH dan kurang efektif dalam mendegradasi sedangkan dengan penyinaran terjadi simultan antara degradasi dan penyerapan. Dengan fotolisis ketika TiO₂/Zeolit disinari dengan sinar UV maka terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga menghasilkan *hole* pada pita valensi. *Hole* ini bereaksi dengan H₂O dan membentuk •OH pada pita valensi. Radikal hidroksil (•OH) ini yang akan mendegradasi senyawa pada pelumas bekas.



Gambar 8. Hasil Degradasi terhadap Pelumas Bekas dengan katalis TiO₂/Katalis (a) Penyinaran Mg, (b) Penyinaran Na, (c) Tanpa penyinaran Mg, dan (d) Tanpa Penyinaran Na

Analisis Sampel menggunakan FTIR dan UV-Vis

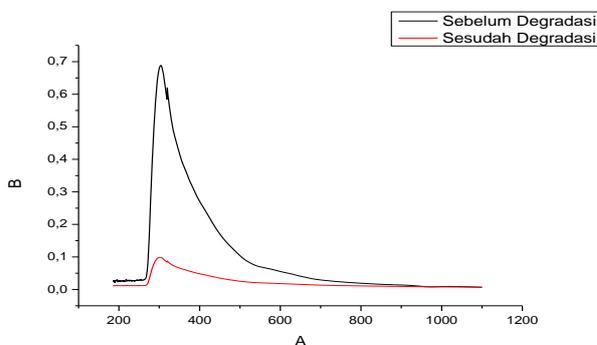
Analisis sampel pelumas bekas sebelum dan sesudah degradasi menggunakan XRD dan FTIR. Grafik XRD dan FTIR dapat dilihat pada gambar 9 dan 10.



Gambar 9. Spektrum FTIR Pelumas Bekas Sebelum dan Sesudah Degradasi

Gambar 9 menunjukkan bahwa terjadi pergeseran bilangan gelombang sebelum degradasi dan sesudah degradasi. Hal ini menandakan proses degradasi berjalan dan memecah beberapa senyawa organik. Puncak serapan bilangan gelombang $2922,68\text{ cm}^{-1}$ dan $2849,18\text{ cm}^{-1}$ mengidentifikasi adanya gugus C-H dalam senyawa hidrokarbon pelumas bekas. Pada bilangan gelombang $3335,59\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus O-H yang menandakan ada air pada pelumas bekas. Bilangan gelombang $716,18$ menunjukkan ada gugus C=C senyawa aromatik pada pelumas bekas.

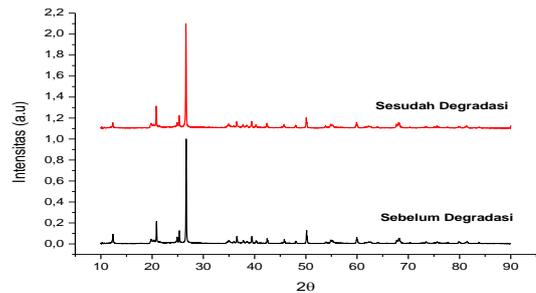
Hasil spektrofotometri UV-Vis terdapat adanya perbedaan nilai absorban, absorban sebelum degradasi 0,7 setelah degradasi 0,1. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi penurunan absorban sekitar 85,71%. Dengan adanya degradasi dapat menurunkan kandungan senyawa yang terdapat pada pelumas bekas, ditandai dengan penurunan absorban.



Gambar 10. Spektrum FTIR Pelumas Bekas Sebelum dan Sesudah Degradasi

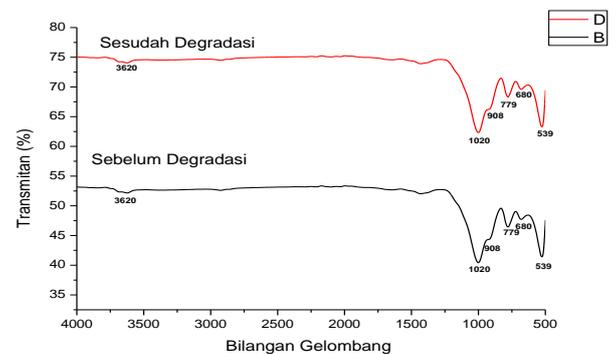
Analisis katalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ dengan XRD dan FTIR

Karakterisasi katalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ sebelum dan sesudah degradasi menggunakan XRD dan FTIR. Grafik XRD dan FTIR dapat dilihat pada gambar 11 dan 12.



Gambar 11. Hasil Karakterisasi XRD Katalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ Sebelum dan Sesudah Degradasi

Dari hasil XRD menunjukkan bahwa tidak terjadi pergeseran yang signifikan pada katalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ Sebelum dan Sesudah Degradasi yang menandakan tidak terjadi perubahan struktur kristal katalis dan katalis bisa digunakan dalam degradasi. Berdasarkan spektrum yang didapatkan menunjukkan karakteristik SiO_2 , dapat diamati pada $2\theta = 20,856^\circ; 26,636^\circ; 36,541^\circ; 50,134^\circ; 59,952^\circ$. Sesuai dengan standar untuk SiO_2 (ICSD #17214). Selain itu, juga terbentuk beberapa puncak pada $2\theta = 25,43^\circ; 37,24^\circ; 38,18^\circ; 48,24^\circ; 54,40^\circ; 55,31^\circ; 63,13^\circ; 70,61^\circ; 75,63^\circ$ yang sesuai dengan puncak TiO_2 berdasarkan standar (ICSD #154609) (Zilfa dkk, 2021).



Gambar 12. Hasil Karakterisasi XRD Katalis $\text{TiO}_2/\text{Zeolit}$ Sebelum dan Sesudah Degradasi

Dari hasil FTIR tidak terjadi pergeseran bilangan gelombang TiO₂/Zeolit Sebelum dan Sesudah Degradasi yang menandakan katalis tidak ikut bereaksi dalam proses degradasi dan tidak terjadi perubahan struktur katalis. Berdasarkan spektrum yang didapatkan terlihat pada daerah bilangan gelombang 3620 cm⁻¹ adanya serapan vibrasi gugus OH dari molekul H₂O dari ikatan Al-OH-Si yang nilainya sekitar 3500-3750 cm⁻¹. Pada bilangan gelombang 1020 cm⁻¹ adanya serapan getaran Si-O-Si, menandakan sifat dari katalis dan zeolit.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dapat disimpulkan bahwa zeolit alam mampu mendukung katalis TiO₂ dalam pembentukan TiO₂/Zeolit. Kondisi optimum untuk mendegradasi pelumas bekas dalam menurunkan kadar Mg dan Na paling efektif dicapai dengan waktu degradasi selama 15 menit, jumlah katalis sebanyak 0,4 gram, dan volume pelumas bekas sebesar 10 mL. Pada kondisi tersebut, kadar Mg berhasil terdegradasi sebesar 83,37%, sedangkan kadar Na terdegradasi sebesar 74,98%. Konsentrasi Mg mengalami penurunan dari 16,25 mg/L menjadi 1,015 mg/L, sementara konsentrasi Na berkurang dari 41,2 mg/L menjadi 9,907 mg/L. Hasil analisis spektrum FTIR dan UV-Vis pada pelumas bekas menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang dan perubahan absorbansi sebelum dan setelah degradasi, yang mengindikasikan terjadinya proses degradasi. Selain itu, analisis karakterisasi katalis TiO₂/Zeolit menggunakan XRD dan FTIR menunjukkan bahwa tidak ada perubahan signifikan pada struktur katalis sebelum dan sesudah degradasi, yang menandakan bahwa katalis tidak ikut bereaksi selama proses degradasi berlangsung.

DAFTAR RUJUKAN

- Andari ND, Wardhani S. TiO₂-Zeolite Photocatalyst for Methylene Blue Degradation. *Chem Prog.* **7(1)**:9-14. (2018)
- Atikah WS. The Potentiality of Activated Natural Zeolite from Gunung Kidul as Adsorbent to Textile Dyes. *Arena*

Tekst;**32(1)**:17-24.(2017)

- Hasyim UH. Review: Study of Metal Adsorption in Used Lubricants and Prospects for Its Utilization as Fuel. *J Eng Res.* **5(1)**: 1-7:(2016)
- Ji, Q., Yu, X., Zhang, J., Liu, Y., Shang, X., & Qi, X. (2017). Photocatalytic degradation of diesel pollutants in seawater by using ZrO₂(Er³⁺)/TiO₂ under visible light. *Journal of Environmental Chemical Engineering*,**5(2)**:1423–1428.(2017)
- Liu Xiaohui, Performance and mechanism into TiO₂/Zeolite composites for sulfadiazine adsorption and photodegradation. *Telescope Semarang. Chemical Engineering Journal.* Pages 131-147. (2018)
- Mohammed, R. R.; Ibrahim, I. A. R.; Taha, A. H.; McKay, G. Waste lubricating oil treatment by extraction and adsorption. *Chem. Eng. J*:343–351.(2013)
- Purbaa R, Tarigan K. Pengaruh Jenis Oli Terhadap Daya Dan Konsumsi Bahan Bakar Motor Kapasitas 150 CC. *Jurnal Ilm Tek Sipil.* 9:47-58. (2020)
- Supriyanto, A.; alimuddin; Bohari. Analisis Logam Fe, Cu, Pb, Dan Zn Dalam Minyak Pelumas Baru Dan Bekas Menggunakan X-Ray Fluorescence; (2018)
- Uherli N, Zilfa, Zein R. Degradasi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan TiO₂/Zeolit Klinoptilolit-Ca Secara Fotolisis. *Jurnal Kimia Unand.***10(3)**: (2021)
- Wang, S.; Peng, Y. Natural zeolites as effective adsorbents in water and wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal.* Januari 1: 11–24.(2010)
- Zilfa, Safni, Rahm F. Photolysis of Naphtol

Blue-Black from Kubang Weaving Waste Using TiO_2 /Zeolite as A Catalyst. *RASAYAN J. Chem.* 1247-1254.**14(2)** (2015)

Zilfa, Safni, Rahmi F. Penggunaan ZnO/zeolit sebagai katalis dalam degradasi tartrazin secara ozonolisis. *J Ris Kim.***12(1)**:53-64: (2021)

Zilfa, Arifin, B., Zein, R., Rahmayeni, Ummi, S., & Ramadhan, S. "Effectiveness and efficiency between CuO/natural zeolite catalysts and ZnO/natural zeolite in naphthol blue-black waste management by photolysis degradation method." (2021): 400-407.