

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) HASIL EKSTRAKSI ASPAL BUTON DAN *ZINC* SEBAGAI MATERIAL PELAPIS SPESIMEN *LOW-CARBON STEEL* AISI 1018 PADA TANGKI BIODIESEL

*Krislew Panjaitan¹, Athanasius Priharyoto Bayuseno², Jamari²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

²Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

Jl. Prof. Sudharto, S.H., Tembalang-Semarang 50275, Telp. +62247460059

*E-mail: office.krislewp@gmail.com

Abstrak

Biodiesel adalah bahan bakar yang dibuat dari sumber daya yang dapat diperbarui, seperti hewan dan tumbuh-tumbuhan. Biodiesel dapat terdegradasi karena oksidasi, kontak dengan air, dan/atau aktivitas mikroba sehingga dibutuhkan bahan logam yang kompatibel untuk mengurangi korosi pada tangki biodiesel. Baja karbon dapat digunakan asalkan dilapisi pelindung anti-korosi yang sesuai standar, tahan terhadap korosi dan reaksi kimia yang mungkin terjadi akibat kandungan air atau asam dalam biodiesel. Kalsium karbonat (CaCO_3) merupakan bahan pengisi atau/filler yang dibutuhkan pada berbagai industri kimia. Limbah asbuton yang memiliki kandungan mineral kalsium (Ca) akan diteliti sebagai bahan dasar baru dalam sintesis *Precipitated calcium carbonate* (PCC) menggunakan pelarut asam asetat (CH_3COOH) dengan metode karbonasi tidak langsung menggunakan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3). Hasil ekstraksi akan dimanfaatkan sebagai bahan pelapis baja karbon rendah AISI 1018 dengan metode Thermal spraying coating untuk meningkatkan efisiensi ketahanan terhadap korosi.

Kata kunci: kalsit; limbah asbuton; *precipitated calcium carbonate*; Soxhlet; *thermal spray coating*

Abstract

Biodiesel is a fuel made from renewable resources, such as animals and plants. Biodiesel can degrade due to oxidation, contact with water, and/or microbial activity, so a compatible metal material is needed to reduce corrosion in biodiesel tanks. Carbon steel can be used provided it is coated with an anti-corrosion protective layer that meets standards, resistant to corrosion and chemical reactions that may occur due to water or acid content in biodiesel. Calcium carbonate (CaCO_3) is a filler material required in various chemical industries. Asbestos waste containing calcium (Ca) minerals will be studied as a new raw material in the synthesis of Precipitated Calcium Carbonate (PCC) using acetic acid (CH_3COOH) as a solvent through indirect carbonation using ammonium bicarbonate (NH_4HCO_3). The extraction results will be utilized as a coating material for low-carbon steel AISI 1018 using the thermal spraying coating method to enhance corrosion resistance efficiency.

Keywords: asphalt waste; calcite; *precipitated calcium carbonate*; soxhlet; *thermal spray coating*

1. Pendahuluan

Biodiesel adalah bahan bakar yang dibuat dari sumber daya yang dapat diperbarui, seperti hewan dan tumbuh-tumbuhan. Dengan curah hujan yang tinggi dan paparan sinar matahari yang konstan, menjadikan Indonesia beriklim tropis [1]. Dari berbagai karya dan penelitian, telah diidentifikasi bahwa biodiesel teroksidasi dan terdegradasi lebih cepat daripada minyak diesel [2]. Biodiesel dapat terdegradasi karena oksidasi, kontak dengan air, dan/atau aktivitas mikroba. Telah disebutkan bahwa satu-satunya bahan logam yang kompatibel dan direkomendasikan untuk digunakan dengan biodiesel adalah baja tahan karat dan aluminium. Baja tahan karat sejauh ini merupakan bahan yang paling kompatibel dengan biodiesel. Baja tahan karat kompatibel dengan campuran biodiesel persentase tinggi karena ketahanan kimianya [3]. Baja karbon dapat digunakan asalkan dilapisi pelindung anti-korosi yang sesuai standar, namun tetap harus dipantau secara berkala untuk mencegah degradasi, tahan terhadap korosi dan reaksi kimia yang mungkin terjadi akibat kandungan air atau asam dalam biodiesel. Dalam penelitian ini dilakukan pelapisan baja karbon AISI 1018 menggunakan *precipitated calcium carbonate* yang berasal dari aspal buton untuk meningkatkan ketahanan terhadap korosi sebagai material tangki biodiesel.

Aspal merupakan bahan hidrokarbon berwarna hitam atau coklat tua yang diperoleh dari residu penyulingan minyak bumi. Kandungan kimia aspal terdiri dari sekitar 80% karbon, 10% hidrogen, 6% belerang, serta sejumlah kecil oksigen dan unsur lainnya seperti nikel dan vanadium. Aspal memiliki sifat viskoelastis, yang berarti ia dapat berubah konsistensinya tergantung pada suhu dan waktu pembebanan [4]. Kadar aspal yang terkandung dalam Asbuton bervariasi,

antara 10- 40%. Ini merupakan kadar aspal yang cukup besar dibandingkan dengan kadar aspal alam negara-negara lain seperti Amerika (12-15%) dan Prancis (6-10%). Aspal Buton merupakan satu-satunya aspal di Indonesia yang terbaik dan terbesar di dunia [5].

Precipitated calcium carbonate (PCC) merupakan kalsium karbonat yang diendapkan dan dihasilkan melalui proses kimia. Kalsium karbonat (CaCO_3) merupakan bahan pengisi atau filler yang dibutuhkan pada berbagai industri kimia, antara lain oleh industri pipa PVC, industri cat, industri kertas, industri ban, industri pasta gigi, dan berbagai industri lainnya [6]. Berdasarkan uraian tersebut, limbah asbuton yang memiliki kandungan mineral kalsium (Ca) akan diteliti sebagai bahan dasar baru dalam sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) menggunakan pelarut asam asetat (CH_3COOH) dengan metode karbonasi tidak langsung menggunakan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3).

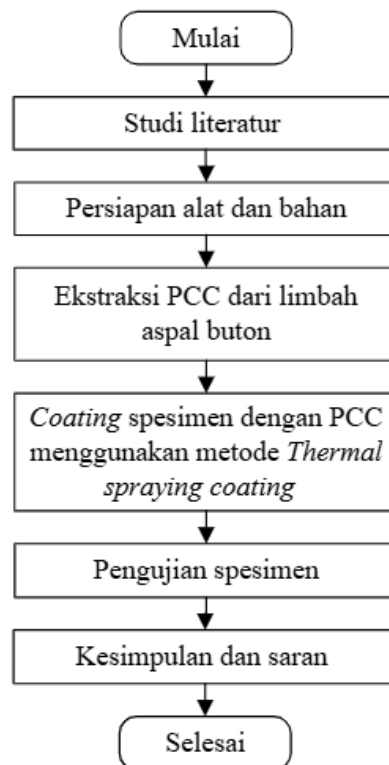
PCC dapat hadir dalam tiga bentuk kristal, yaitu *calcite* (rhombohedral), *aragonite* (orthorombik), dan *vaterite* (heksagonal), dan dapat ditemukan secara alami dalam bentuk kapur, batu gamping, dan marmer [7]. PCC dapat dihasilkan atau dibuat dari bahan yang mengandung kalsium menggunakan beberapa metode, antara lain metode solvay, karbonasi, dan kaustik soda [8]. Pada penelitian ini Metode yang digunakan dalam penelitian ini untuk menghasilkan PCC dengan cara mereduksi limbah aspal buton yang menjadi bahan dasar utamanya, aspal dihaluskan hingga menjadi ukuran partikel yang sangat kecil dengan mesh 100.

Aspal akan diekstraksi menggunakan metode soxhlet selama 8 jam. Ekstraksi menggunakan *Soxhlet* terbukti memiliki potensi yang besar dalam mengolah bahan organik yang sulit diekstraksi menggunakan metode lain [9]. Kemudian aspal tersebut dikalsinasi selama 5 jam dengan suhu 900 derajat celsius. Limbah kalsinasi dicampurkan dengan asam asetat yang diaduk selama 30 menit dengan suhu 60°C. Penambahan NaOH hingga pH menjadi 11,2 – 11,6 yang kemudian dikarbonasi dengan suhu yang telah divariasikan. Campuran akan difiltrasi menggunakan *vacum* filtrasi dan kertas saring, selanjutnya endapan dicuci dengan air aquades hingga bersih dan terjadi endapan. Endapan kemudian dioven selama 2 jam pada suhu 110 °C yang dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM.

Pembuatan lapisan coating ini menggunakan metode *thermal spraying coating* yang akan diuji korosi dengan merendam spesimen pada air laut untuk meneliti efektivitas ketahanannya terhadap korosi. *Thermal spray coating* merupakan salah satu teknik pelapisan di mana material pelapis berupa serbuk diaplikasikan pada permukaan substrat guna membentuk lapisan pelindung [10].

2. Bahan dan Metode Penelitian

Pada penelitian ini, tahapan yang dilakukan secara berurutan diperlihatkan pada diagram blok penelitian pada Gambar 1 berikut. Beberapa pengujian dilakukan untuk mengetahui dan menganalisis sifat spesimen baja karbon rendah yang dilapisi dengan CaCO_3 dari hasil ekstraksi limbah aspal Buton.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

2.1 Ekstraksi PCC dan *Thermal Spraying Coating*

Penelitian ini dilakukan secara keseluruhan di Universitas Diponegoro, Semarang, dengan tahapan ekstraksi aspal buton, *precipitated calcium carbonate*, pelapisan *low-carbon steel* dengan *thermal spray coating*, pengamatan spesimen secara visual, pengujian korosi dengan perhitungan *weight loss* perendaman spesimen di air laut, pengujian perubahan ketebalan dan pengujian tampilan visual. Proses ekstraksi aspal buton dimulai dengan metode *soxhlet* selama 8 jam yang dikalsinasi pada suhu 900°C dengan *holding time* 5 jam. Kemudian, larutan asam asetat (CH_3COOH) digunakan sebagai pelarut aspal buton yang telah dilakukan kalsinasi selama 30 menit, larutan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3) digunakan untuk proses karbonasi pada suhu bervariasi (50°C, 60°C, 90°C) selama 30 menit dan larutan amonium hidroksida (NH_4OH) digunakan untuk menaikkan pH larutan dari yang bersifat asam hingga mencapai pH 11 yang kemudian akan di filtrasi menggunakan kertas Whatman No. 42 dan di oven pada suhu 110°C selama 2 jam. CaCO_3 tersebut akan dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR).

Spesimen yang digunakan pada penelitian adalah berjumlah 12. Spesimen uji berukuran 20 mm x 20 mm x 3 mm yang sudah disandblasting. Proses *thermal spray* dilakukan pada spesimen baja *low-carbon* AISI 1018 dengan masing-masing 1 gram PCC/Zinc per pengujian, jarak tembak 20 cm, dan tekanan udara 0,5 bar. Pengamatan dan pengukuran hasil pelapisan dilakukan dengan uji ketebalan, *corrosion rate* (*weight loss*) dari hasil perendaman air laut, dan pengujian visual dengan makrografi. Spesimen terbagi menjadi 4 variasi berdasarkan pelapisnya yaitu, spesimen baja biasa, baja pcc, baja zinc dan baja zinc-pcc.



Gambar 2. Calcium Carbonate

2.2 Karakterisasi PCC

Uji karakteristik PCC dilakukan terhadap hasil endapan kalsium karbonat yang dianalisis menggunakan metode XRD untuk mengidentifikasi fasa kristal yang dihasilkan, metode SEM untuk mengidentifikasi bentuk kristal, dan metode FTIR untuk mengidentifikasi deskripsi dan struktur molekuler sampel.

2.3 Uji Makrografi

Uji makrografi dilakukan untuk memotret visual spesimen yang terkontaminasi korosi. Pemotretan dilakukan menggunakan mikroskop makrografi dengan kapasitas perbesaran 6,7 kali.

2.4 Uji Ketebalan

Uji ketebalan dilakukan untuk mengetahui ketebalan spesimen setelah *coating* yang dilakukan menggunakan alat *thickness test gauge* sebagai metode non-destruktif untuk mengetahui ketebalan aktual pelapis yang diterapkan.

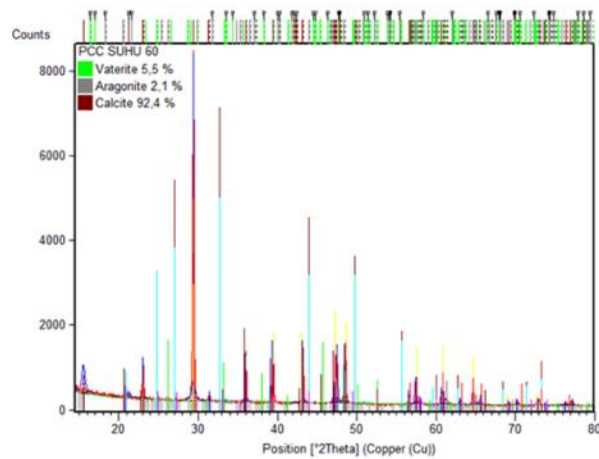
2.5 Uji Laju Korosi

Pengujian korosi dilakukan untuk mengamati *weight loss* yang terjadi pada spesimen yang sudah direndam dengan air laut selama 24 jam, 72 jam dan 168 jam di Laboratorium Teknik Mesin Universitas Diponegoro.

3. Hasil dan Pembahasan

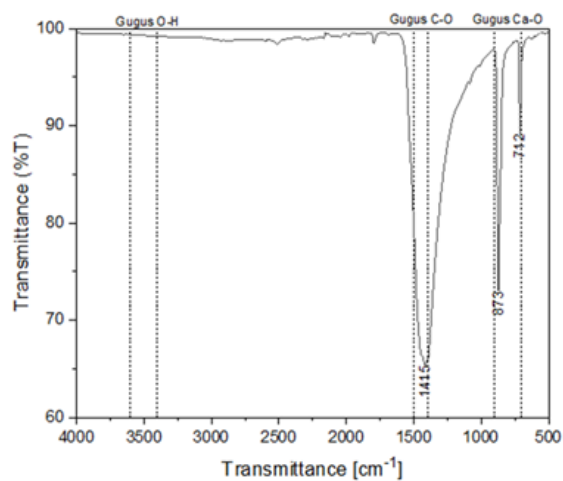
3.1 Karakterisasi PCC

Analisis XRD PCC dengan Suhu Karbonasi 60°C Hasil analisis *rietveld* menunjukkan bahwa pada suhu karbonasi 60°C, PCC memiliki tingkat kristalinitas dan difraktogram tertentu. Hasil perbandingan pada Gambar 3 menunjukkan bahwa kristal kalsit yang dihasilkan memiliki persentase yang dominan atau lebih banyak di antara kristal endapan kalsium karbonat (PCC) yang terbentuk dari limbah asbuton, dimana kristal vaterit hadir dalam jumlah yang cukup sedikit dan kristal aragonit juga terbentuk sangat sedikit. *Precipitated calcium carbonate* (PCC) limbah asbuton pada suhu karbonasi 60°C memiliki persentase kristalinitas yaitu 5,5 % kristal vaterit, 2,1 % kristal aragonit, dan 92,4 % kristal kalsit.



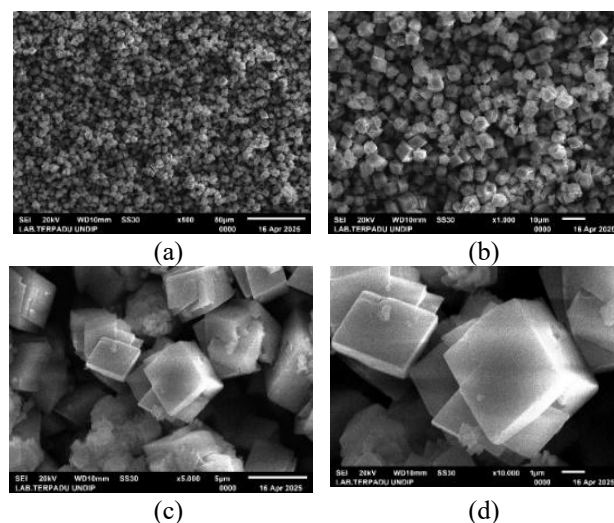
Gambar 3. Grafik Analisis XRD

Hasil karakterisasi FTIR terhadap PCC berbahan dasar limbah asbuton yang dikarbonasi pada suhu 60 °C pada Gambar 4 menunjukkan adanya tiga puncak utama pada bilangan gelombang 1415 cm^{-1} (ν_3), 873 cm^{-1} (ν_2), dan 712 cm^{-1} (ν_4).



Gambar 4. Grafik Analisis FTIR

Morfologi PCC berbahan dasar limbah asbuton dengan suhu karbonasi 60°C pada perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X dapat dilihat pada Gambar 5 berikut.

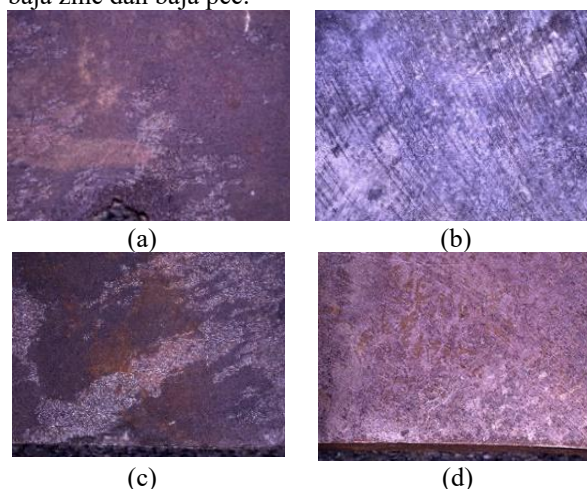


Gambar 5 Analisis SEM

Hasil pengujian SEM PCC berbasis dasar limbah asbuton dengan suhu karbonasi 60°C menunjukkan bentuk morfologi yang sebagian besar berbentuk kubus (*rhombohedral*) dan hanya sedikit yang berbentuk bulat (*spherical*). Hal ini mengindikasikan bahwa mayoritas partikel yang terbentuk memiliki struktur kristal kalsit. Adanya sedikit bentuk jarum menunjukkan keberadaan vaterit dalam PCC tersebut, meskipun dalam jumlah yang sangat sedikit. Artinya, pada suhu 60 ini bentuk kristal yang dominan adalah *rhombohedral* yaitu morfologi kalsit yang akan digunakan untuk *coating*.

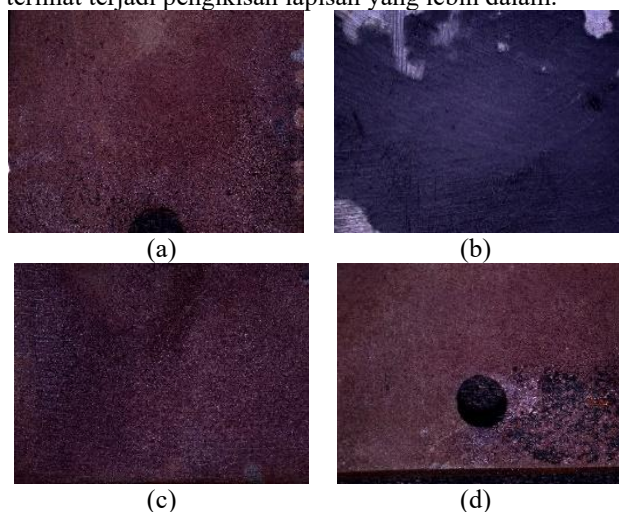
3.2 Uji Visual Makrografi

Setelah dilakukan perendaman spesimen baja karbon rendah dalam media air laut selama 24 jam, 72 jam, 168 jam, pengamatan visual makro dilakukan untuk mengidentifikasi gejala awal korosi pada spesimen baja biasa pcc, baja zinc, baja zinc-pcc dan baja biasa secara berturut-turut ditampilkan pada setiap gambar. Pada Gambar 6 permukaan spesimen yang tidak dilapisi pelindung memperlihatkan degradasi lebih nyata dibandingkan spesimen yang diberi perlakuan atau pelapisan sebelumnya. Dianalisis bahwa urutan korosi yang terjadi dari posisi tertinggi hingga terendah yaitu pada baja biasa, baja zinc-pcc, baja zinc dan baja pcc.



Gambar 6. Tampilan Makro Pada Pengujian Selama 24 Jam (a) PCC, (b) Zinc, (c) Zinc-PCC, (d) Baja karbon

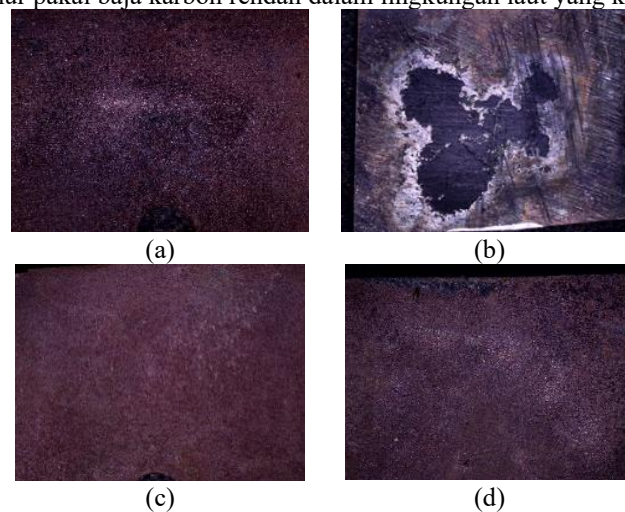
Berbeda pada Gambar 6, dengan perbesaran 6.7x terlihat jelas ditampilkan Gambar 7 bahwa korosi paling tinggi terjadi pada baja biasa, kemudian baja pcc, urutan ketiga baja zinc-pcc dan paling rendah terjadi pada spesimen baja zinc. Namun pada baja zinc, korosi yang terlihat terjadi pengikisan lapisan yang lebih dalam.



Gambar 7. Tampilan Makro Pada Pengujian Selama 72 Jam (a) PCC, (b) Zinc, (c) Zinc-PCC, (d) Baja karbon

Analisis pada Gambar 8 menunjukkan spesimen yang hanya dilapisi Zinc-PCC menunjukkan korosi hampir merata, namun lapisan karat terlihat sedikit lebih tipis dibandingkan spesimen tanpa perlindungan, sementara itu, spesimen yang dilapisi PCC menunjukkan ketahanan korosi yang lebih baik, dengan permukaan logam sebagian masih tampak meski terdapat bercak karat di beberapa area. Hal ini menunjukkan bahwa lapisan ini mampu menghambat difusi ion korosif secara lebih efektif. Baja zinc tampak minim perubahan warna, memperlihatkan efektivitas baik dalam

menahan serangan korosi Hal ini menegaskan bahwa perlakuan pelapisan, terutama yang berbasis seng dan PCC, sangat berperan dalam memperpanjang umur pakai baja karbon rendah dalam lingkungan laut yang korosif.

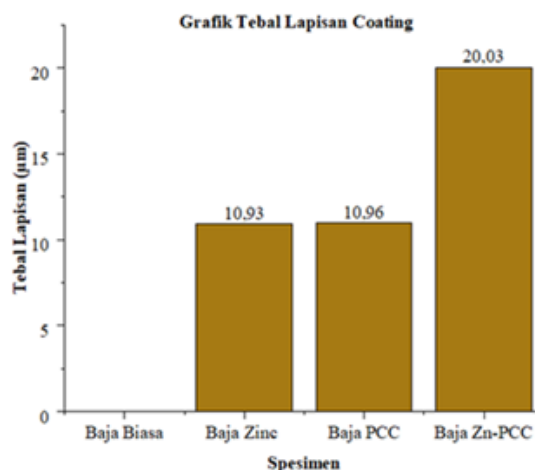


Gambar 8. Tampilan Makro Pada Pengujian Selama 168 Jam (a) PCC, (b) Zinc, (c) Zinc-PCC, (d) Baja karbon

Kesimpulan dari analisis visual menunjukkan bahwa *calcium carbonate* mampu memberikan ketahanan terhadap korosi dengan lapisan yang merata diseluruh spesimen untuk meningkatkan efektifitas dalam meminimaliskan corrosion rate yang terjadi. Kombinasi zinc-pcc juga memberikan ketahanan terhadap korosi yang baik, namun dikarenakan tidak meratanya material pelapis saat di-coating mengakibatkan terjadi korosi yang cukup tinggi pada bagian spesimen yang tidak terlapis dengan baik.

3.3 Ketebalan

Pengukuran ketebalan *coating* dilakukan menggunakan alat *Coating thickness Gauge* UT343D. Berikut merupakan hasil dari pengukuran ketebalan lapisan. Pada pengukuran tersebut menggunakan alat *Coating Thickness Gauge* UT343D. Dapat kita lihat baja yang dilapisi dengan campuran Zn dan PCC lebih menempel pada substansi baja karbon rendah dengan nilai ketebalan nya 20,03 μm dibandingkan dengan hanya menggunakan PCC saja yaitu nilainya sebesar 10,96 μm .

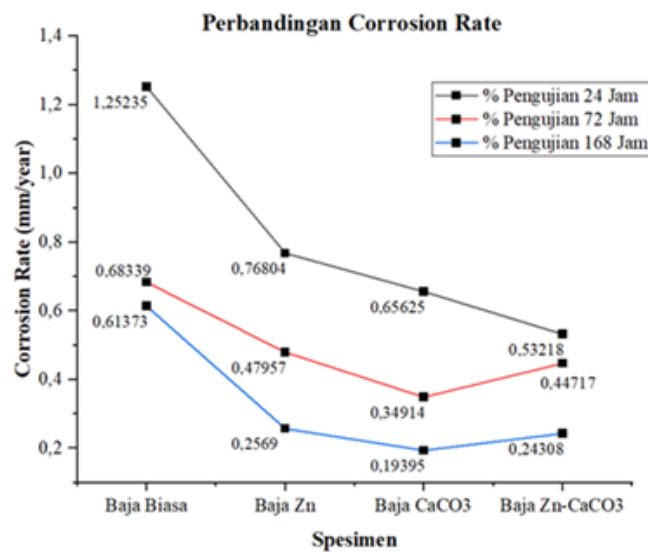


Gambar 9. Grafik Perbandingan Nilai Ketebalan *Coating* Spesimen

3.4 Uji Laju Korosi

Corrosion rate dinyatakan sebagai laju kehilangan material akibat korosi selama periode tertentu, yang dihitung secara gravimetrik menggunakan metode *weight loss*. Pada Gambar dapat dilihat bahwa nilai *Corrosion rate* baja karbon rendah tanpa dilakukan pelapisan cukup tinggi dibandingkan dengan Baja karbon rendah yang dilapisi dengan PCC dan Zn-PCC. Artinya, penambahan PCC dalam pelapisan tangki Biodiesel dapat mengurangi nilai *Corrosion rate* atau dapat menghambat laju korosi terjadi. Hasil yang didapat memang menunjukkan nilai corrosion rate yang sangat tinggi. Hasil

tersebut hampir sama dengan lingkungan korosif di kawasan industri dengan kelembaban yang ekstrim dan lingkungan yang agresif.



Gambar 10. Grafik Perbandingan *Corrosion Rate*

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa,

1. Sintesis dan karakterisasi Precipitated Calcium Carbonate (PCC) menggunakan bahan dasar limbah asbuton dengan variasi suhu karbonasi telah berhasil dilakukan dengan baik.
2. Variasi suhu karbonasi mempengaruhi karakteristik PCC yang dihasilkan. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan peningkatan volume kristal dan persentase kristalinitas kalsit seiring dengan kenaikan suhu karbonasi, sementara density dan persentase kristalinitas vaterit semakin berkurang seiring dengan kenaikan suhu karbonasi.
3. Spesimen yang diuji memiliki tingkat korosifitas bervariasi, hasil yang didapat memang menunjukkan nilai *corrosion rate* yang sangat tinggi. Hasil tersebut hampir sama dengan lingkungan korosif di kawasan industri dengan kelembaban yang ekstrim.
4. Kesimpulan dari analisis visual menunjukkan bahwa *calcium carbonate* mampu memberikan ketahanan terhadap korosi dengan lapisan yang merata diseluruh spesimen untuk meningkatkan efektifitas dalam meminimaliskan *corrosion rate* yang terjadi.

5. Daftar Pustaka

- [1] S. Kuncahyo, Priyohadi, Aguk Zuhdi M Fathallah, "Analisa Prediksi Potensi Bahan Baku Motor Diesel di Indonesia," *J. Tek. Pomits*, vol. 2, no. 1, pp. 1–5, 2013, [Online]. Available: <http://ir.obihiro.ac.jp/dspace/handle/10322/3933>
- [2] M. Shahabuddin, M. A. Kalam, H. H. Masjuki, M. M. K. Bhuiya, and M. Mofijur, "An experimental investigation into biodiesel stability by means of oxidation and property determination," *Energy*, vol. 44, no. 1, pp. 616–622, 2012, doi: 10.1016/j.energy.2012.05.032.
- [3] L. Nurul Komariah, Marwani, S. Aprisah, and Y. S. L. Rosa, "Storage tank materials for biodiesel blends; The analysis of fuel property changes," *MATEC Web Conf.*, vol. 101, 2017, doi: 10.1051/mateconf/201710102012.
- [4] A. Nuryanto, "Aspal buton dan propelan padat.," pp. 1–9, 2007.
- [5] R. Setiowati and M. F. Putra, "Struktur Biaya Produksi Aspal Buton Untuk Kebutuhan Infrastruktur Sebagai Substitusi Impor," *J. Teknol. dan Manaj.*, vol. 21, no. 1, pp. 35–42, 2023, doi: 10.52330/jtm.v21i1.94.
- [6] C. D. Ariono, "stNrnst," *Sintesa Kalsium Karbonat Presipitat*, vol. 9(1), pp. 11–15, 2022, [Online]. Available: <https://doi.org/10.31315/e.v9i1.7545>
- [7] F. Liendo, M. Arduino, F. A. Deorsola, and S. Bensaid, "Factors controlling and influencing polymorphism, morphology and size of calcium carbonate synthesized through the carbonation route: A review," *Powder Technol.*, vol. 398, p. 117050, 2022.
- [8] N. Jamarun and S. Arief, "Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari batu kapur dengan metoda kaustik soda," *J. Ris. Kim.*, vol. 1, no. 1, p. 20, 2007.
- [9] S. Masala, U. Rannug, and R. Westerholm, "Pressurized liquid extraction as an alternative to the Soxhlet

- extraction procedure stated in the US EPA method TO-13A for the recovery of polycyclic aromatic hydrocarbons adsorbed on polyurethane foam plugs,” *Anal. Methods*, vol. 6, no. 20, pp. 8420–8425, 2014.
- [10] T. W. Setiawan and Y. Y. Kristiawan, “Pengerasan Permukaan Baja Karbon Rendah dengan Metode Thermal Spray Coating,” *Teknika*, vol. 6, no. 4, pp. 185–194, 2020.