

## OPTIMASI PENGGUNAAN ETHYLENE GLYCOL DALAM SINTESIS *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) DARI LIMBAH ASPAL BUTON DENGAN METODE SOLVOTHERMAL

\*Abyan Daffa Ikhwandra Muhammad<sup>1</sup>, Athanasius Priharyoto Bayuseno<sup>2</sup>, Rifky Ismail<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

<sup>2</sup>Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

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

\*E-mail: abyans.daffa.ad@gmail.com

### Abstrak

Pemanfaatan limbah industri sebagai bahan baku alternatif telah menjadi fokus penting dalam mendukung pengembangan teknologi material yang berkelanjutan. Salah satu limbah potensial adalah residu aspal Buton (Asbuton) yang kaya akan mineral karbonat, namun hingga kini belum dimanfaatkan secara optimal. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari limbah Asbuton menggunakan metode *solvothermal* dengan penambahan *ethylene glycol* (EG) sebagai aditif. PCC merupakan material anorganik serbaguna yang digunakan secara luas pada industri kertas, plastik, farmasi, kosmetik, hingga konstruksi karena sifat fisik dan kimianya yang dapat dikendalikan. Tiga polimorf utama PCC adalah kalsit, aragonit, dan vaterit, di mana vaterit memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi namun bersifat metastabil. Proses penelitian meliputi kalsinasi limbah Asbuton pada suhu 900 °C selama 5 jam, pelarutan dengan HNO<sub>3</sub>, presipitasi dengan NH<sub>4</sub>OH, serta tahap *solvothermal* dalam *autoklaf* dengan variasi penambahan EG. Karakterisasi utama dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui jenis fasa kristal yang terbentuk. Hasil analisis menunjukkan bahwa PCC yang dihasilkan terdiri dari fasa kalsit, aragonit, dan vaterit dengan dominasi yang berbeda tergantung pada jumlah EG yang ditambahkan. Stabilitas ini memberikan keunggulan karena vaterit sangat diminati pada aplikasi tertentu seperti filler kertas dan aditif farmasi. Secara keseluruhan, penelitian ini menunjukkan bahwa limbah Asbuton dapat ditingkatkan nilai tambahnya melalui sintesis PCC dengan kualitas yang dapat dikendalikan. Penambahan EG berperan penting dalam mengatur morfologi dan fasa kristal PCC, sehingga membuka peluang pemanfaatan limbah lokal sebagai sumber material industri bernilai tinggi sekaligus mendukung konsep teknologi ramah lingkungan.

**Kata kunci:** aspal buton; *ethylene glycol*; *precipitated calcium carbonate* (pcc); *solvothermal*; *x-ray diffraction* (xrd)

### Abstract

The utilization of industrial waste as an alternative raw material has become an important focus in supporting the development of sustainable material technologies. One potential waste is Buton asphalt (Asbuton) residue, which is rich in carbonate minerals but has not been optimally utilized. This study aims to synthesize *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) from Asbuton waste using the *solvothermal* method with *ethylene glycol* (EG) as an additive. PCC is a versatile inorganic material widely applied in the paper, plastics, pharmaceuticals, cosmetics, and construction industries due to its controllable physical and chemical properties. PCC exists in three major polymorphs calcite, aragonite, and vaterite where vaterite is highly valued for its large surface area, despite being metastable. The experimental procedure included calcination of Asbuton residue at 900 °C for 5 hours, dissolution with nitric acid, precipitation with ammonium hydroxide, followed by *solvothermal* treatment in an autoclave with varying EG additions. The main characterization technique employed was X-Ray Diffraction (XRD) to determine the crystalline phases formed. The results revealed that the synthesized PCC consisted of calcite, aragonite, and vaterite, with phase dominance strongly influenced by the EG content. This stabilization is highly advantageous, as vaterite's spherical morphology and high porosity are attractive for industrial applications such as paper fillers and pharmaceutical additives. Overall, this research demonstrates that Buton asphalt waste can be upgraded into high-value PCC with controlled properties. The role of EG as a stabilizer highlights its importance in tailoring PCC crystallinity, thus offering new opportunities to transform local waste into advanced industrial materials while supporting environmentally friendly technology development.

**Keywords:** asphalt buton; *ethylene glycol*; *precipitated calcium carbonate* (pcc); *solvothermal*; *x-ray diffraction* (xrd)

## 1. Pendahuluan

Indonesia menghadapi persoalan kompleks dalam pengelolaan limbah industri yang semakin meningkat seiring dengan pertumbuhan populasi dan pembangunan infrastruktur[1,2]. Upaya pengelolaan limbah tidak hanya penting untuk menekan pencemaran lingkungan, tetapi juga membuka peluang pemanfaatan kembali material yang masih bernilai guna[3,4]. Salah satu limbah yang menarik untuk dikaji adalah residu aspal Buton. Aspal Buton, atau Asbuton, merupakan aspal alam yang ditemukan di Pulau Buton, Sulawesi Tenggara. Meskipun telah lama dikenal sebagai bahan perkerasan jalan, residu pengolahannya sering kali hanya dibuang atau ditimbun tanpa pemanfaatan lanjutan[5,6].

Permintaan aspal nasional setiap tahun mengalami peningkatan yang signifikan, sedangkan produksi dalam negeri belum mampu memenuhi kebutuhan[7]. Situasi ini menyebabkan Indonesia bergantung pada impor, terutama dari negara tetangga. Di sisi lain, cadangan Asbuton yang mencapai ratusan juta ton justru belum dimanfaatkan secara optimal[8,9]. Padahal, residu Asbuton mengandung kalsium karbonat dalam jumlah besar yang berpotensi dijadikan bahan baku alternatif pembuatan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC)[10].

PCC merupakan material anorganik dengan sifat fisik dan kimia yang dapat dikontrol, sehingga sangat diminati pada berbagai sektor industri[11]. Produk ini biasanya digunakan sebagai filler dalam pembuatan kertas, aditif pada plastik, bahan baku farmasi, hingga komponen kosmetik. Tiga bentuk polimorf PCC kalsit, aragonit, dan vaterit mempunyai karakteristik tersendiri[12]. Vaterit, meskipun metastabil, menarik perhatian karena bentuk bulatnya yang berpori dan luas permukaannya besar, sehingga sangat potensial untuk aplikasi khusus[13].

Metode *solvothermal* dipandang sebagai teknik sintesis yang mampu menghasilkan PCC dengan morfologi lebih seragam melalui kontrol suhu dan tekanan[14]. Penambahan senyawa tertentu, seperti *ethylene glycol*, dapat memodifikasi pembentukan kristal PCC. *Ethylene glycol* diketahui berperan dalam menstabilkan vaterit dan mencegah transformasi cepat menjadi kalsit[15]. Dengan demikian, penelitian terkait efek EG pada PCC dari limbah Asbuton menjadi sangat relevan.

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini difokuskan pada sintesis PCC dari limbah Asbuton dengan metode *solvothermal* dan penambahan *ethylene glycol*. Karakterisasi yang dilakukan menitikberatkan pada hasil XRD guna mengetahui polimorf yang terbentuk serta potensi pengendalian morfologi kristal. Hasil yang diperoleh diharapkan mampu memberikan kontribusi bagi pengembangan material berbasis limbah lokal yang bernilai tinggi serta mendukung teknologi ramah lingkungan.

## 2. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah Aspal Buton (Asbuton) yang diperoleh dari PT. Wika Bitumen, Sulawesi Tenggara. Limbah ini mula-mula dihancurkan, dihaluskan, lalu disaring menggunakan ayakan 100 mesh untuk memperoleh serbuk homogen. Selanjutnya, serbuk tersebut dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 5 jam menggunakan furnace tabletop guna menghilangkan senyawa organik yang tersisa. Bahan kimia yang digunakan meliputi larutan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) 2M sebagai pelarut awal untuk melarutkan mineral kalsium, larutan amonium hidroksida (NH<sub>4</sub>OH) 2M untuk proses netralisasi dan pembentukan Ca(OH)<sub>2</sub>, larutan amonium bikarbonat (NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>) 2M sebagai sumber ion karbonat dalam presipitasi, serta *ethylene glycol* (EG) sebagai zat aditif untuk memodifikasi morfologi dan menstabilkan fasa PCC.

Aquadest digunakan sebagai pelarut sekaligus media pencucian sampel. Peralatan yang digunakan meliputi magnetic stirrer untuk pengadukan larutan dengan kecepatan 1200 rpm, beaker glass berbagai ukuran (10–2000 mL), pH meter digital, pompa vakum dengan sistem vacuum filtration menggunakan kertas saring Whatman No.42, oven untuk pengeringan endapan PCC pada 110 °C, serta autoclave yang berfungsi sebagai reaktor *solvothermal* dengan suhu operasi 100 °C selama 24 jam. Tahapan penelitian diawali dengan proses pelarutan, yaitu serbuk Asbuton hasil kalsinasi sebanyak 17 gram dicampurkan dengan 300 mL larutan HNO<sub>3</sub> 2M, kemudian diaduk pada suhu 60 °C selama 30 menit menggunakan magnetic stirrer. Setelah itu, larutan ditambahkan NH<sub>4</sub>OH 2M hingga total volume mencapai 2 liter untuk membentuk larutan Ca(OH)<sub>2</sub>.

Proses dilanjutkan dengan penyaringan menggunakan vacuum filtration guna memisahkan residu padat dan filtrat cair. Filtrat kemudian dicampurkan dengan *ethylene glycol* sesuai variasi yang ditentukan dan dilakukan pengadukan pada suhu 30 °C dengan kecepatan 1200 rpm selama 15 menit. Selanjutnya, larutan tersebut dicampurkan dengan 300 mL larutan NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> 2M secara bertahap (100 mL setiap 5 menit) untuk menghasilkan endapan PCC. Reaksi yang terbentuk kemudian dimasukkan ke dalam autoclave dan dilakukan proses *solvothermal* pada suhu 100 °C selama 24 jam. Setelah pendinginan, endapan PCC disaring kembali, dicuci menggunakan aquadest sebanyak 2 liter, lalu dikeringkan dengan oven pada suhu 110 °C selama 2 jam. Hasil PCC yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan uji X-Ray Diffraction (XRD) untuk menentukan fasa kristal yang terbentuk.

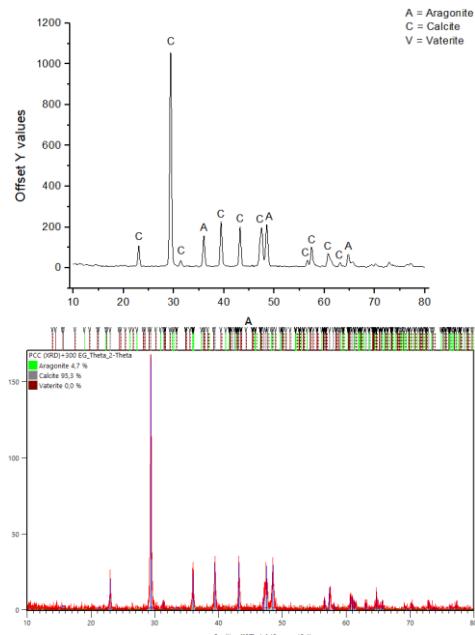
## 3. Hasil dan Pembahasan

Penelitian ini telah dilakukan yaitu merupakan sintesis dan melakukan pengujian karakterisasi *precipitated calcium carbonate* (PCC) menggunakan metode *solvothermal* dengan menggunakan tambahan larutan *ethylene glycol*. Bahan dasarnya sendiri berasal dari ekstraksi limbah aspal buton yang sudah melalui proses kalsinasi agar menghilangkan residu yang ada. Penelitian ini akan membandingkan hasil dari konsentrasi penambahan larutan *ethylene glycol* dengan beberapa

konsentrasi. Kemudian setelah mendapatkan hasil PCC dilakukan pengujian karakterisasi SEM, FTIR, dan XRD. Pengujian XRD dilakukan dengan sudut awal ( $2\theta$ ) mulai dari  $10^\circ$  dan diakhiri  $80^\circ$  dengan kecepatan pembacaan  $2^\circ$  per menit. Pengujian FTIR menggunakan alat spectrometer dengan daerah analisa pada wavenumber antara  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ . Dan pengujian SEM dengan perbesaran  $100x$ ,  $500x$ ,  $1000x$ ,  $5000x$ .

### 3.1 Pengujian PCC dengan XRD

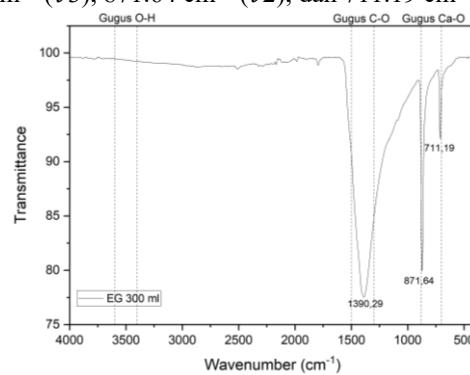
Pengujian XRD atau *X-Ray Diffraction* yang ditunjuk pada Gambar 1 yaitu untuk mencari komposisi fasa yang terkandung pada PCC limbah aspal buton dengan variasi konsentrasi 300 ml *ethylene glycol*. Data tersebut diperoleh dari pengujian XRD dengan meliputi sudut  $2\theta$  dan intensitas, yang kemudian dilakukan pengolahan data menggunakan *software HighScore Plus*. Gambar 1 menunjukkan bahwa analisis rietveld yang sudah dilakukan, diketahui presentase kristalinitas yang terkandung pada PCC limbah asbuton dengan penambahan EG 300 ml yaitu 4,7% aragonit, 95,3% kalsit, 0,0 % vaterite. Dan difraktogram menunjukkan *peaks* yang dominan terletak pada  $2\theta = 29.38^\circ$ ,  $39.42^\circ$ , dan  $48.52^\circ$ .



Gambar 1. Hasil Analisis Rietveld PCC +300 ml EG

### 3.2 Pengujian PCC dengan FTIR

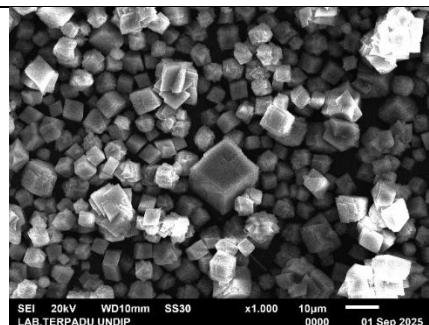
Pengujian FTIR ini dengan PCC limbah aspal buton dengan penambahan *ethylene glycol* sebanyak 300 ml menunjukkan puncak pada  $1390.29 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_3$ ),  $871.64 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_2$ ), dan  $711.19 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_4$ ).



Gambar 2. Spektra PCC Limbah Asbuton 300 ml EG

### 3.3 Pengujian PCC dengan SEM

Morfologi PCC limbah ekstraksi asbuton dengan penambahan 300 ml *ethylene glycol* pada pengujian SEM dilakukan pada perbesaran  $100X$ ,  $500X$ ,  $1000X$ , dan  $5000X$  serta untuk hasil dari perbesaran  $1000x$  dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil Pengujian SEM 300 ml EG

#### 4. Kesimpulan

Variasi konsentrasi ethylene glycol berpengaruh terhadap karakteristik PCC yang dihasilkan. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan jika konsentrasi penambahan ethylene glycol pada konsentrasi 300 ml cenderung kalsit. hal ini dikarenakan aragonit didapatkan pada kondisi supersaturasi tertentu, sedangkan kalsit lebih banyak didapatkan akibat dari waktu inkubasi proses karbonasi yang tinggi.

Temuan ini menegaskan bahwa pengendalian rasio *ethylene glycol* dalam metode *solvothermal* menjadi kunci untuk menghasilkan PCC dengan morfologi dan sifat kristal yang diinginkan. Kehadiran EG yang kurang tinggi mengakibatkan terbentuknya kalsit dan tanpa ada vaterit. Penelitian ini juga membuka peluang pemanfaatan limbah lokal secara berkelanjutan untuk menghasilkan produk bernilai tinggi dan ramah lingkungan.

#### 5. Daftar Pustaka

- [1] Lingga, L. J., Yuana, M., Sari, N. A., Syahida, H. N., Sitorus, C., & Shahron, S. (2024). Sampah di Indonesia: Tantangan dan solusi menuju perubahan positif. *INNOVATIVE: Journal Of Social Science Research*, 4(4), 12235-12247.
- [2] Siahay, M. C., Ahmad, S. N., Gusty, S., Supacua, H. A. I., Ampangallo, B. A., Rachman, R. M., ... & Maitimu, A. (2023). Pembangunan infrastruktur di Indonesia. Tohar Media.
- [3] Imtiaz, M. N., Rozaki, Z., Wulandari, R., & Amalia, A. (2025, January). Pemanfaatan dan Pengolahan Limbah Plastik Di Era Digital. In Seminar Nasional Agribisnis (Vol. 2, No. 1, pp. 78-82).
- [4] Kurniawati, D., Kholidah, F., Negarawati, R. G. M., Febriyanti, V. D., & Radianto, D. O. (2024). Pengelolaan limbah sampah rumah tangga sebagai upaya pelestarian lingkungan hidup. *Jurnal Wilayah, Kota Dan Lingkungan Berkelanjutan*, 3(1), 72-83.
- [5] Trisunaryanti, W. (2018). *Konversi Fraksi Aspal Buton Menjadi Fraksi Bahan Bakar*. UGM PRESS.
- [6] Pradani, N. (2023). *Pengaruh Penggunaan Material Perkerasan Jalan Daur Ulang dan Asbuton Butir Terhadap Kinerja Campuran Beraspal= The Effect of Recycled Material and Buton Granular Asphalt (BGA) on Asphalt Concrete Mixture Performance* (Doctoral dissertation, Universitas Hasanuddin).
- [7] Setiowati, R., & Putra, M. F. (2023). Struktur Biaya Produksi Aspal Buton Untuk Kebutuhan Infrastruktur Sebagai Substitusi Impor. *Jurnal Teknologi Dan Manajemen*, 21(1), 35-42.
- [8] Faizal, F., Nurdin, A. R., & Mallawangeng, T. (2025). Pengaruh Penggunaan Asbuton LGA B50/30 Terhadap Sifat Campuran Laston AC-WC. *Jurnal Penelitian Teknik Sipil Konsolidasi*, 3(1), 40-49.
- [9] Trisunaryanti, W. (2018). *Konversi Fraksi Aspal Buton Menjadi Fraksi Bahan Bakar*. UGM PRESS.
- [10] Dinulloh, M. R. W., Bayuseno, A. P., & Ismail, R. (2024). Karakterisasi Polivinyl Chloride (Pvc) Dengan Filler *Precipitated Calcium Carbonate* (Pcc) Dari Limbah Aspal Buton Menggunakan Pelarut Asam Asetat (Ch<sub>3</sub>cooh) Dengan Metode Ph-Swing. *Jurnal Teknik Mesin*, 12(2), 77-82.
- [11] Maulia, G. (2020). Pembuatan PCC (Precipitated Calcium Carbonate) Menggunakan Bahan Baku Lime Mud Dengan Metode Kaustik Soda. *Jurnal Vokasi Teknologi Industri (JVTI)*, 2(2).
- [12] Ramadhani, M. S., Abrianto, D., & Muljani, S. (2021). Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari Cangkang Rajungan dengan Metode Karbonasi sebagai Biomaterial. *Chempro*, 2(1), 13-17.
- [13] Nuryadin, B. W. (2020). Pengantar Fisika Nanomaterial: Teori dan Aplikasi.
- [14] Yahya, A., Nurhayati, L., & Utami, S. (2025). Green Synthesis of NiO/Ti-PCH Via Hydrothermal Method for Enhanced Catalytic Efficiency: Green Synthesis NiO/Ti-PCH melalui Metode Hidrotermal untuk Meningkatkan Efisiensi Katalitik. *Sains Natural: Journal of Biology and Chemistry*, 15(2), 83-91.
- [15] Rosilina, M., Maulana, M. T., & Astuti, D. H. (2022). Sintesis dan Modifikasi Ukuran Partikel Nano-PCC dengan Penambahan Etilen Glikol. *Chempro*, 3(1), 45-50.