



Pemanfaatan Tempurung Kelapa Sawit sebagai Reduktor Ilmenit dan Sumber rGO untuk Sintesis Komposit Fotokatalitik TiO₂

Muhammad Rizky Nurzaman^{a,1}, Fransiska Maura Meilan Kristanti Pasaribu^a, Muhamad Eko Prasetyo^a, Muhammad Revanza Naufal Novianto^a, Alif Zaky Supriadi^a, Bening Nurul Hidayah Kambuna^a, Adhitya Trenggono^a

^aJurusan Teknik Metalurgi, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Jl. Jenderal Sudirman KM. 03, Kotabumi Kec. Purwakarta, Kota Cilegon, Banten, 42435, Indonesia

¹E-mail: 3334230015@untirta.ac.id

INFO ARTIKEL

Riwayat artikel:

Diajukan pada 00 Desember 00

Direvisi pada 00 Januari 00

Disetujui pada 00 Februari 00

Tersedia daring pada 00 Maret 00

Kata kunci:

Tempurung Kelapa Sawit, Ilmenit, Fotokatalisis.

Keywords:

Palm Kernel Shell, Ilmenite, Photocatalyst.

ABSTRAK

Fotokatalis komposit rGO–TiO₂ telah banyak menarik perhatian karena efektivitasnya dalam degradasi polutan organik seperti metilen biru (MB), terutama dalam aplikasi pengolahan air limbah. Namun, pemanfaatan limbah biomassa seperti tempurung kelapa sawit (PKS) sebagai sumber karbon untuk sintesis rGO dan sekaligus sebagai agen reduktor dalam pengolahan ilmenit (FeTiO₃) masih belum banyak dijelajahi. Penelitian ini mengusulkan pendekatan terintegrasi dan berkelanjutan dengan memanfaatkan PKS dalam dua peran utama: (1) sebagai reduktor dalam proses reduksi karbotermik ilmenit asal Banten dan (2) sebagai prekursor karbon untuk produksi rGO. Karbonisasi PKS dilakukan terlebih dahulu sebelum direaksikan dengan ilmenit pada suhu 1000 °C dan 1200 °C, yang menghasilkan fasa Fe, Fe₂TiO₅, dan TiO₂. Derajat metalisasi masing-masing mencapai 70,9% dan 98,6%. Slag yang kaya akan TiO₂ selanjutnya dimurnikan menggunakan metode caustic fusion (rasio massa NaOH:ilmenit = 2:1, pada suhu 850 °C selama 60 menit), dilanjutkan dengan pelindian air dan asam. Pelindian dengan HCl terbukti paling efektif, menghasilkan kemurnian TiO₂ hingga 94,189%. Secara paralel, PKS juga diolah menjadi rGO melalui metode Hummer termodifikasi dan iradiasi gelombang mikro. Komposit rGO–TiO₂ dibentuk dengan metode sol-gel menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP), dan dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, UV-Vis, dan SEM. Uji fotokatalitik menunjukkan kemampuan degradasi MB hingga 96%, mengindikasikan sinergi yang kuat antara rGO dan TiO₂. Penelitian ini menegaskan potensi besar PKS sebagai sumber karbon multifungsi dalam pengembangan material fotokatalitik ramah lingkungan sekaligus sebagai strategi pemanfaatan limbah biomassa yang bernilai tambah.

ABSTRACT

The rGO–TiO₂ composite photocatalyst has gained significant attention for its high performance in degrading organic pollutants such as methylene blue (MB). However, the utilization of biomass waste like palm kernel shell (PKS) as both a carbon source for rGO synthesis and a reducing agent in ilmenite (FeTiO₃) processing remains underexplored. This study integrates a sustainable approach by employing PKS in two main roles: as a reductant in the carbothermic reduction of Banten-origin ilmenite and as a carbon precursor for rGO synthesis. Carbonized PKS was used in reduction processes at 1000 °C and 1200 °C, producing Fe, Fe₂TiO₅, and TiO₂ phases with metallization degrees of 70.9% and 98.6%, respectively. The TiO₂-rich slag was then purified using a caustic fusion method (NaOH:ilmenite = 2:1, 850 °C, 60 minutes), followed by water and acid leaching. HCl leaching resulted in the highest TiO₂ content at 94.189%. In parallel, PKS was converted into rGO via a modified Hummer's method and microwave irradiation. The extracted TiO₂ and rGO were then composited using a sol-gel method with titanium tetraisopropoxide (TTIP) as the precursor and characterized by XRD, FTIR, UV-Vis, and SEM. Photocatalytic tests revealed up to 96% MB degradation efficiency, confirming the synergistic effect of rGO and TiO₂. This study highlights the promising potential of PKS as a multifunctional carbon source in producing environmentally friendly photocatalytic composites while promoting value-added utilization of biomass waste.

Tersedia pada: <http://dx.doi.org/10.36055/furnace>

1. PENDAHULUAN

Ilmenit (FeTiO_3) merupakan salah satu mineral yang melimpah di Indonesia dan memiliki potensi besar sebagai bahan baku produksi titanium dioksida (TiO_2), terutama karena Indonesia memiliki cadangan pasir besi ilmenit mencapai ratusan juta ton, termasuk di Banten dengan estimasi lebih dari 7 juta ton. Namun, terlepas dari ketersediaan alamiahnya, Indonesia masih mengimpor TiO_2 dalam jumlah besar seperti sebesar 3,69 juta kg pada tahun 2019 akibat keterbatasan teknologi pengolahan local [98-101, 105, 112]. Proses konvensional ekstraksi TiO_2 dari ilmenit, seperti rute sulfat dan klorida, memiliki sejumlah kekurangan: proses sulfat menghasilkan limbah asam dalam jumlah besar dan tidak ramah lingkungan, sementara proses klorida membutuhkan bahan baku dengan kandungan TiO_2 tinggi serta melibatkan penggunaan gas klorin yang berbahaya. Kompleksitas struktur mineral ilmenit juga menjadi tantangan tersendiri dalam proses ekstraksi langsung. Oleh karena itu, metode alternatif seperti reduksi karbotermal serta kombinasi fusi alkali dan pelindian asam mulai dikembangkan untuk meningkatkan efisiensi dan keberlanjutan proses ekstraksi TiO_2 [102 dan 103]. Di sisi lain, tempurung kelapa sawit (PKS), sebagai limbah biomassa yang melimpah di Indonesia, menawarkan potensi besar sebagai sumber karbon terbarukan (*carbon-neutral*) yang murah dan ramah lingkungan. PKS dapat menggantikan reduktor fosil seperti batubara dalam proses metalurgi ekstraktif [107, 109-111, 112]. Penggunaan PKS segar sebagai reduktor dalam reduksi karbotermal memiliki dua keuntungan utama: tidak memerlukan tahap karbonisasi terpisah serta melepaskan zat volatil seperti CO dan hidrokarbon selama pemanasan, yang berkontribusi pada reaksi reduksi logam pada suhu lebih rendah. Studi terdahulu menunjukkan efektivitas PKS dalam mereduksi bijih besi laterit pada suhu 900 °C, namun untuk bijih titanium seperti ilmenit, diperlukan suhu lebih tinggi karena kestabilan oksida titanium [98, 106, 108, 114]. Dengan memanfaatkan PKS sebagai reduktor dalam reduksi ilmenit, diharapkan terjadi peningkatan derajat metalisasi Fe serta terbentuk residu kaya TiO_2 yang bernilai. Selain sebagai reduktor, tempurung kelapa juga berfungsi sebagai sumber karbon untuk sintesis *graphene* dan turunannya. Melalui proses pirolisis dan reduksi berbantuan iradiasi *microwave*, tempurung kelapa dapat diolah menjadi *reduced graphene oxide* (rGO) yang memiliki konduktivitas tinggi serta permukaan spesifik luas. Komposit rGO– TiO_2 menawarkan keunggulan dalam bidang fotokatalisis, karena mampu memperluas penyerapan cahaya ke wilayah tampak dan meningkatkan pemisahan muatan *elektron-hole*, mengatasi keterbatasan TiO_2 (fase anatase) yang hanya aktif pada sinar UV. Hasil sintesis rGO dari arang tempurung kelapa yang dikompositkan dengan TiO_2 menghasilkan fotokatalis dengan efisiensi degradasi metilen biru mencapai 96%, membuktikan efektivitas pendekatan ini [104]. Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini mengusulkan pendekatan terintegrasi yang menyatukan peran PKS dalam tiga tahapan strategis. Pertama, PKS digunakan sebagai reduktor dalam reduksi karbotermal ilmenit, menghasilkan Fe logam serta residu kaya TiO_2 . Kedua, residu tersebut diekstraksi menggunakan metode fusi alkali (dengan NaOH) dan pelindian menggunakan berbagai jenis asam (HCl, asam sitrat, dan asam asetat) untuk memperoleh TiO_2 murni sebagai alternatif dari proses konvensional yang tidak ramah lingkungan. Ketiga, tempurung kelapa diolah menjadi rGO yang dikompositkan dengan TiO_2 hasil ekstraksi menjadi nanokomposit fotokatalitik dengan performa tinggi dalam degradasi polutan organik. Rangkaian proses ini menyajikan pendekatan berkelanjutan dalam pemanfaatan limbah lignoselulosa seperti tempurung kelapa sawit tidak hanya untuk memperoleh logam Fe dan TiO_2 berkualitas tinggi, tetapi juga sebagai dasar pengembangan material fotokatalis ramah lingkungan berbasis rGO– TiO_2 yang efisien [102 dan 104].

2. METODE PENELITIAN

2.1 MATERIAL dan PERSIAPAN AWAL

Bahan baku utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah konsentrat pasir besi ilmenit yang berasal dari Rancabotok, Pandeglang – Banten, dan berfungsi sebagai sumber utama titanium dioksida (TiO_2). Ilmenit yang digunakan berukuran -100+150 mesh, dengan komposisi kimia hasil uji XRF menunjukkan kandungan sekitar 37,12% TiO_2 dan 56,05% Fe_2O_3 , serta pengotor utama berupa MgO , Al_2O_3 , SiO_2 , V_2O_5 , dan CaO . Untuk meningkatkan reaktivitas, ilmenit dikalsinasi terlebih dahulu pada suhu 450 °C selama beberapa jam dalam proses pre-oksidasi. Tahap pemanasan awal ini bertujuan untuk menghilangkan air kristal serta mengoksidasi fase pseudorutile menjadi hematit (Fe_2O_3) dan TiO_2 , sehingga meningkatkan porositas partikel. Selain itu, senyawa pengotor seperti olivin ($(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$) dan geikielit (MgTiO_3) turut terurai menjadi oksida bebas seperti Fe_2O_3 , TiO_2 , dan Fe_2TiO_5 , yang membantu mencegah pembentukan fase padat kompleks pada tahap reduksi berikutnya. Sebagai reduktor biomassa, tempurung kelapa sawit (*Palm Kernel Shell*, PKS) dipilih karena merupakan limbah industri kelapa sawit yang melimpah. PKS kering dibersihkan dan digiling hingga berukuran <150 μm , kemudian dibagi menjadi dua jenis: PKS tanpa perlakuan awal (PKS-B) dan PKS teraktivasi (PKS-BA). Aktivasi kimia PKS dilakukan melalui perendaman dalam larutan asam fosfat 5% (1:10 w/v) selama 2 jam pada suhu 90–100 °C, kemudian dikeringkan pada 105 °C selama 24 jam. Aktivasi ini terbukti melarutkan pengotor logam seperti oksida alkali dan silika, yang umumnya terkandung dalam abu PKS. Berdasarkan data elemental, PKS-BA menunjukkan penurunan drastis kandungan alkali (Na, K) dan peningkatan fraksi karbon tetap dibanding PKS-B. Selain itu, luas permukaan spesifik (BET) meningkat signifikan dari ~0,25 m^2/g (PKS-B) menjadi ~9,23 m^2/g (PKS-BA), menunjukkan peningkatan porositas yang memberikan lebih banyak situs reaksi antara ilmenit dan reduktor. Untuk prosedur reduksi karbotermal, ilmenit dan PKS dicampur secara merata sesuai rasio tertentu. Penelitian oleh Attaurazaq et al. (2025) menggunakan rasio aditif PKS hingga 60 wt% dari total massa pelet, untuk menjamin ketersediaan karbon tetap stoikiometris karena kandungan volatil PKS yang besar [102]. Campuran ini kemudian dipadatkan menjadi pelet silinder berdiameter sekitar 20 mm menggunakan tekanan sebesar ~40 MPa, dan dikeringkan pada 105 °C selama 24 jam. Pelet yang telah dikeringkan kemudian direduksi dalam *furnace* tabung yang dialiri gas nitrogen (N_2) dengan laju 0,1 L/menit untuk menjaga atmosfer inert. Pemanasan dilakukan hingga suhu 1000–1200 °C dengan laju pemanasan 10 °C/menit dan ditahan selama waktu tertentu. Setelah proses reduksi selesai, sampel didinginkan dalam atmosfer N_2 sebelum dianalisis. Derajat metalisasi (MD) ditentukan berdasarkan rasio antara kandungan Fe metal terhadap Fe total, yang diukur menggunakan metode titrasi kimia sesuai standar ISO. Dalam tahap ekstraksi TiO_2 , soda kaustik (NaOH, Merck p.a) digunakan untuk proses fusi alkali, yang sebelumnya digerus hingga lolos ayakan 60 mesh. Reagen pelindian yang digunakan meliputi asam klorida (HCl), asam asetat (CH_3COOH), dan asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), seluruhnya dalam konsentrasi 6,5 M, guna membandingkan efektivitas antara asam anorganik kuat dan asam organik lemah dalam melarutkan hasil fusi. Aquades (air deionisasi) digunakan dalam tahap pencucian untuk menghilangkan sisa ion asing dan menjaga kemurnian produk akhir. Untuk sintesis komposit fotokatalitik, bahan karbon diperoleh dari arang tempurung kelapa komersial sebagai model biomassa berkarbon tinggi. Arang ini mengandung sekitar 74,3% karbon terikat dan digunakan sebagai prekursor dalam sintesis grafena oksida (GO) menggunakan metode Hummer yang dimodifikasi. Proses ini melibatkan penggunaan asam sulfat (H_2SO_4) pekat, asam fosfat (H_3PO_4), kalium permanganat (KMnO_4), serta larutan asam klorida dan natrium hidroksida. GO yang dihasilkan kemudian direduksi menjadi rGO menggunakan asam L-askorbat (LAA) sebagai reduktor ramah lingkungan, menggantikan senyawa toksik seperti hidrazine. Titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP, kemurnian tinggi) digunakan sebagai prekursor TiO_2 dalam sintesis komposit, melalui metode sol-gel. Isopropanol digunakan sebagai pelarut untuk TTIP, sementara

etilen glikol digunakan untuk melarutkan GO sebelum proses reduksi microwave. Seluruh bahan kimia yang digunakan tidak mengalami pemurnian tambahan sebelum digunakan [102-104].

Tabel 1. *Composition of Ilmenite Banten -100+150 mesh* [105].

| Sample | ELEMENT (%) | | | | | | | | | |
|--------|-------------|--------------------------------|------------------|-------------------------------|-------|------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------|--------------------------------|
| | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | P ₂ O ₅ | CaO | TiO ₂ | V ₂ O ₅ | Cr ₂ O ₃ | MnO | Fe ₂ O ₃ |
| MS 31 | 0.732 | 1.006 | 2.069 | 0.482 | 0.664 | 37.120 | 0.421 | 0.027 | 0.854 | 56.048 |

Tabel 2. *Element composition of PKS-B and PKS-BA* [102]

| Element (wt%) | Na | Mg | Al | Si | P | S | Cl | K | Ca | Mn | Fe |
|---------------|------|------|------|-------|-------|-----|------|------|-------|------|-------|
| PKS-B | 2.08 | 2.77 | 1.15 | 18.49 | 1.6 | 1.8 | 2.82 | 6.74 | 43.48 | 0.52 | 18.45 |
| PKS-BA | 0 | 0.16 | 0.83 | 19.46 | 69.08 | 3.2 | 1.31 | 1.31 | 2.75 | 0.13 | 1.73 |

Tabel 3. *XRF Analysis of Water Leaching Residue* [103].

| Sample | ELEMENT (%) | | | | | | | | | |
|--------|-------------|--------------------------------|------------------|-------------------------------|-------|------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------|--------------------------------|
| | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | P ₂ O ₅ | CaO | TiO ₂ | V ₂ O ₅ | Cr ₂ O ₃ | MnO | Fe ₂ O ₃ |
| WL | 0.600 | 0.464 | 0.988 | 0.467 | 0.517 | 32.215 | 0.257 | 0.414 | 1.274 | 61.867 |
| R1-2C | 0.579 | 1.014 | 2.624 | 0.488 | 2.623 | 32.086 | 0.464 | 0.561 | 0.788 | 57.851 |

Tabel 4. *Analysis Results of Extraction Products* [102 dan 103].

| Sample | ELEMENT (%) | | | | | | | | | |
|--------|-------------|--------------------------------|------------------|-------------------------------|-------|------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------|--------------------------------|
| | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | P ₂ O ₅ | CaO | TiO ₂ | V ₂ O ₅ | Cr ₂ O ₃ | MnO | Fe ₂ O ₃ |
| R2-2C | 0.569 | 0.523 | 2.190 | 0.405 | 0.216 | 43.991 | 0.493 | 0.115 | 0.821 | 49.999 |
| A100 | 0.0 | 0.186 | 0.671 | 0.324 | 0.304 | 37.099 | 0.267 | 0.411 | 1.121 | 58.762 |
| S100 | 0.0 | 0.0 | 0.248 | 0.0 | 0.351 | 41.480 | 0.294 | 0.400 | 0.788 | 55.714 |
| R2-5 | 0.0 | 0.020 | 0.144 | 0.0 | 0.225 | 94.189 | 0.0 | 0.0 | 0.008 | 4.527 |

2.2 EKSTRAKSI TiO₂

Setelah proses reduksi karbotermal dan pemanfaatan biomassa PKS sebagai reduktor, tahap selanjutnya dalam alur penelitian ini adalah mengekstraksi TiO₂ dari ilmenit hasil pengolahan. Ekstraksi ini dilakukan menggunakan pendekatan hidrometalurgi, sebagaimana dijelaskan berikut ini metode hidrometalurgi yang diterapkan dalam mengekstraksi TiO₂. Skemanya terdiri dari tiga tahap utama: fusi alkali (NaOH), pelindian air, dan pelindian asam. Fusi alkali: Ilmenit yang telah dihaluskan dicampur dengan NaOH padat dalam rasio 1:2 (berat ilmenit : berat NaOH). Campuran ini dimasukkan ke dalam krusibel nikel atau keramik yang tahan alkali, lalu dipanaskan dalam *muffle furnace* pada suhu 850 °C selama 60 menit. Selama fusi pada suhu tinggi, NaOH meleleh dan bereaksi dengan ilmenit membentuk senyawa intermediet yang dapat larut air, dengan reaksi seperti berikut [102 dan 103].



Dengan demikian, ikatan Fe–Ti dalam ilmenit terpecah menghasilkan natrium titanat (Na₂TiO₃) dan natrium ferroat (Na₂FeO₂). Produk fusi alkali akan membeku membentuk padatan keras (*frit*) berwarna kehitaman. Padatan hasil fusi ini kemudian didinginkan dan dihancurkan kasar. Pelindian air: Padatan frit dicuci dengan air deionisasi panas (70–80 °C) sambil diaduk. Tujuannya untuk melarutkan komponen yang bersifat larut air seperti Na₂FeO₂ dan sisa NaOH, serta meninggalkan residu tidak larut yang mengandung Na₂TiO₃. Tahap ini efektif memindahkan unsur besi, silika, alumina, dan pengotor lain ke larutan, sementara titanium tetap tertahan sebagai padatan (dalam bentuk senyawa titanat). Hasil pelindian air disaring; filtrat dibuang sebagai limbah mengandung garam larut, sedangkan residu padat (disebut residu *water-leach*, WL) dikeringkan. Uji XRF pada residu WL menunjukkan peningkatan signifikan kadar TiO₂ dan penurunan impuritas (Si, Al) bila dibandingkan dengan ilmenit awal, menandakan keberhasilan pemisahan impuritas melalui fusi alkali. Pelindian asam: Residu WL kemudian *dileaching* menggunakan tiga jenis larutan asam berbeda dalam percobaan terpisah: (1) HCl 6,5 M, (2) CH₃COOH 6,5 M, dan (3) C₆H₈O₇ (asam sitrat) 6,5 M. Kondisi pelindian dijaga konstan: suhu 90 °C, waktu 240 menit (4 jam), dengan pengadukan kontinu. Padatan residu WL dicampur dengan larutan asam pada rasio *solid/liquid* yang memadai dalam beaker gelas berpenutup reflux untuk mencegah penguapan. Selama proses pelindian, asam akan melarutkan komponen Na₂TiO₃ menurut reaksi umum:



Pada kasus asam organik, reaksi serupa terjadi membentuk garam natrium organik (natrium sitrat/asetat) dan endapan TiO₂. Setelah 4 jam, suspensi hasil *leaching* disaring. *Cake* hasil penyaringan yang mengandung padatan TiO₂ dicuci berulang kali dengan air deionisasi hingga netral (pH ~7) untuk menghilangkan sisa garam larut. Padatan kemudian dikeringkan (110 °C, 2–3 jam) dan digiling halus. Produk akhir yang diperoleh berupa serbuk pigmen TiO₂ berwarna putih keabu-abuan [103].

2.3 SINTESIS dan PEMBUATAN KOMPOSIT rGO–TiO₂

Produk padat hasil pelindian, yang mengandung dominan TiO₂, tidak hanya dikarakterisasi sebagai produk akhir, tetapi juga dimanfaatkan lebih lanjut dalam sintesis komposit fotokatalis. Langkah ini dilakukan untuk meningkatkan nilai tambah produk melalui aplikasi lanjutan, khususnya dalam bidang fotokatalisis. Sintesis *graphene* dimulai dengan pengolahan tempurung kelapa menjadi arang, yang kemudian dikonversi menjadi *Graphene Oxide* (GO) menggunakan metode modifikasi Hummer. GO tersebut kemudian direduksi menggunakan asam askorbat (*L-ascorbic acid*) dengan bantuan iradiasi gelombang mikro selama 10, 20, 30, dan 40 menit (800 W) untuk menghasilkan *reduced Graphene Oxide* (rGO). Proses ini dilakukan dalam media etilen glikol setelah proses sonikasi selama 2 jam untuk memastikan dispersi homogen. Komposit rGO–TiO₂ kemudian disintesis menggunakan metode sol-gel

dengan mencampurkan Titanium tetraisopropoksida (TTIP) dan isopropanol, diikuti penambahan rGO. Campuran ini dikeringkan pada 100 °C selama 12 jam dan dikalsinasi pada 550 °C selama 4 jam dengan laju pemanasan 1 °C/menit. Komposit yang dihasilkan menunjukkan morfologi campuran rGO dan partikel TiO₂ dengan fasa anatase dominan dan rata-rata ukuran kristal 44–48 nm. Komposit ini selanjutnya diaplikasikan sebagai fotokatalis pada degradasi metilen biru dan menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang tinggi, dengan efisiensi degradasi hingga 96% pada kondisi optimum [104]. Penggunaan TiO₂ dalam komposit tersebut yang seperti sebelumnya telah disinggung bersumber dari ekstraksi ilmenit, yang sebelumnya telah dimurnikan melalui metode peleburan basa (*caustic fusion*) diikuti pelindian air dan pelindian asam. Dalam proses ini, ilmenit dengan kadar awal TiO₂ sebesar 37,12% berhasil diproses menggunakan NaOH pada suhu 850 °C dan rasio 1:2 (massa) selama 60 menit. Hasil *leaching* dengan HCl menghasilkan serbuk pigmen dengan kadar TiO₂ mencapai 94,189%, jauh lebih tinggi dibanding pelindian dengan asam organik seperti asam asetat (37,099%) dan asam sitrat (41,480%). TiO₂ hasil *leaching* ini sangat sesuai untuk digunakan dalam sintesis material fungsional seperti fotokatalis berbasis rGO, mengingat tingkat kemurniannya yang tinggi dan komposisi bebas logam berat. Selain itu, pendekatan pirometalurgi juga memungkinkan pemisahan logam Fe dan pembentukan suboksida titanium dari ilmenit melalui reduksi karbotermik menggunakan biomassa tempurung inti sawit sebagai reduktor. Proses ini dilakukan pada suhu hingga 1200 °C dengan penambahan PKS-B atau PKS-BA, menghasilkan fasa antara seperti FeTi₂O₅ dan TiO₂, dengan metalisasi Fe yang meningkat seiring bertambahnya rasio karbon. Fasa TiO₂ atau suboksidanya yang dihasilkan dari jalur pirometalurgi ini juga dapat dimanfaatkan sebagai prekursor dalam pembuatan komposit rGO–TiO₂ [103 dan 104].

2.4 KARAKTERISASI

Seluruh bahan hasil tahapan eksperimen, mulai dari bahan baku awal, produk hasil fusi dan pelindian, hingga komposit fotokatalis, dikarakterisasi menggunakan berbagai teknik instrumental untuk mengevaluasi perubahan komposisi kimia, struktur fasa kristalin, morfologi mikro, dan sifat fungsional material. Tujuan karakterisasi ini adalah untuk memahami keterkaitan struktur-performa dan mendukung validitas hasil dalam konteks aplikasi metalurgi dan fotokatalisis. Analisis komposisi unsur dilakukan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), yang diterapkan pada konsentrat ilmenit, residu fusi alkali, serta produk pelindian untuk menentukan kadar Fe, Ti, dan persentase TiO₂. Hasil analisis tersaji dalam bentuk tabel komposisi seperti Tabel 1 dan Tabel 2 [103]. Untuk analisis fasa kristalin, digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) pada berbagai tahap ilmenit mentah dan terkalsinasi, produk reduksi karbotermal, serta padatan hasil pelindian dan komposit rGO–TiO₂. Puncak difraksi 2θ dicocokkan dengan *database* JCPDS untuk mengidentifikasi fasa seperti FeTiO₃, rutil (TiO₂), FeCr₂O₄, dan Fe₂TiO₅. Misalnya, XRD hasil pelindian HCl menunjukkan hilangnya puncak ilmenit dan dominasi rutil, sedangkan tanpa fusi alkali masih terdeteksi pseudobrookit. Morfologi mikro dan distribusi unsur dalam sampel dikaji menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS). SEM–EDS digunakan untuk mengamati distribusi unsur Ti dan O pada produk reduksi dan menunjukkan bahwa pada kondisi optimal, Ti tidak lagi terdeteksi sebagai butir TiO₂ bebas, tetapi terdistribusi dalam fasa lain. SEM pada rGO mengungkap morfologi lembaran tipis bertumpuk khas *graphene*, sedangkan pada komposit rGO–TiO₂ menunjukkan partikel TiO₂ yang tersebar di permukaan rGO dengan ukuran yang tidak seragam. EDS memberikan data kuantitatif komposisi lokal, mendukung identifikasi fasa melalui distribusi unsur [103 dan 104]. Karakterisasi sifat optik dilakukan dengan *UV–Vis Spectroscopy*. Pertama, metode ini digunakan untuk menentukan nilai celah pita (*band gap*) semikonduktor dengan plot Tauc berdasarkan absorbansi difus. Contohnya, rGO hasil reduksi *microwave* selama 40 menit memiliki *band gap* optik sebesar ~4,73 eV. Kedua, UV–Vis digunakan untuk memantau degradasi polutan seperti metilen biru (MB) oleh fotokatalis, melalui pengamatan penurunan absorbansi puncak MB pada $\lambda \approx 664$ nm sepanjang waktu iradiasi. Spektroskopi *Fourier-Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada GO, rGO, dan komposit. Spektrum GO memperlihatkan pita serapan gugus O–H, C=O, C–O, dan epoksi, sedangkan pada rGO intensitas pita tersebut menurun drastis, menandakan keberhasilan proses reduksi. Komposit rGO–TiO₂ memperlihatkan pita khas Ti–O–Ti (~500 cm⁻¹), C=C aromatik (~1620 cm⁻¹), dan OH teradsorpsi (~3400 cm⁻¹), menunjukkan keberhasilan pembentukan struktur komposit tanpa hilangnya karakter fungsional utama [104]. Karakterisasi termal dilakukan menggunakan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) dan *Differential Thermal Analysis* (DTA). TGA menunjukkan tiga tahap degradasi PKS-B, sedangkan PKS-BA menunjukkan degradasi yang lebih stabil karena pengaruh ikatan fosfat. TGA pelet ilmenit+PKS menunjukkan kehilangan massa total sebesar ~55–60%, termasuk tahap reduksi oksida besi oleh gas CO pada suhu ~700–1000 °C. Puncak DTA memperlihatkan eksoterm kuat (pembakaran volatil) dan endoterm besar pada ~1000 °C yang berkaitan dengan reduksi FeO menjadi Fe. Untuk karakterisasi sifat listrik, LCR Meter digunakan untuk mengukur konduktivitas pada rGO dan komposit rGO–TiO₂. Hasil menunjukkan bahwa semakin lama iradiasi *microwave*, semakin tinggi konduktivitas rGO. rGO hasil iradiasi 40 menit memiliki konduktivitas tertinggi, mencerminkan struktur grafit yang lebih tereduksi. Komposit rGO–TiO₂ memiliki konduktivitas lebih tinggi dibanding TiO₂ murni, namun tetap di bawah rGO murni, menunjukkan efek sinergi antara fasa semikonduktor dan konduktif dalam mempercepat pemisahan muatan [102 dan 104]. Akhirnya, untuk menentukan derajat metalisasi (MD) dari hasil reduksi, dilakukan titrasi dikromatometri berdasarkan standar ISO 16878:2016(E), dengan menghitung rasio antara kandungan Fe metal dan Fe total [102]. Kombinasi dari seluruh teknik ini memberikan gambaran komprehensif terhadap evolusi struktur dan performa material selama setiap tahap proses.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penggunaan PKS sebagai reduktor biomassa terbukti efektif dalam menurunkan senyawa oksida besi (Fe₂O₃) dalam ilmenit menjadi logam Fe. Ilmenit yang direduksi dengan PKS segar (PKS-B) menunjukkan derajat metalisasi hingga 98,6% pada suhu 1200°C. Keberhasilan ini berkat gas volatil (CO dan H₂) dari PKS yang berperan dalam tahap awal reduksi dan menurunkan energi aktivasi proses. Residu reduksi (*slag*) menunjukkan peningkatan kadar TiO₂ yang menjadi dasar untuk tahapan ekstraksi berikutnya [102].

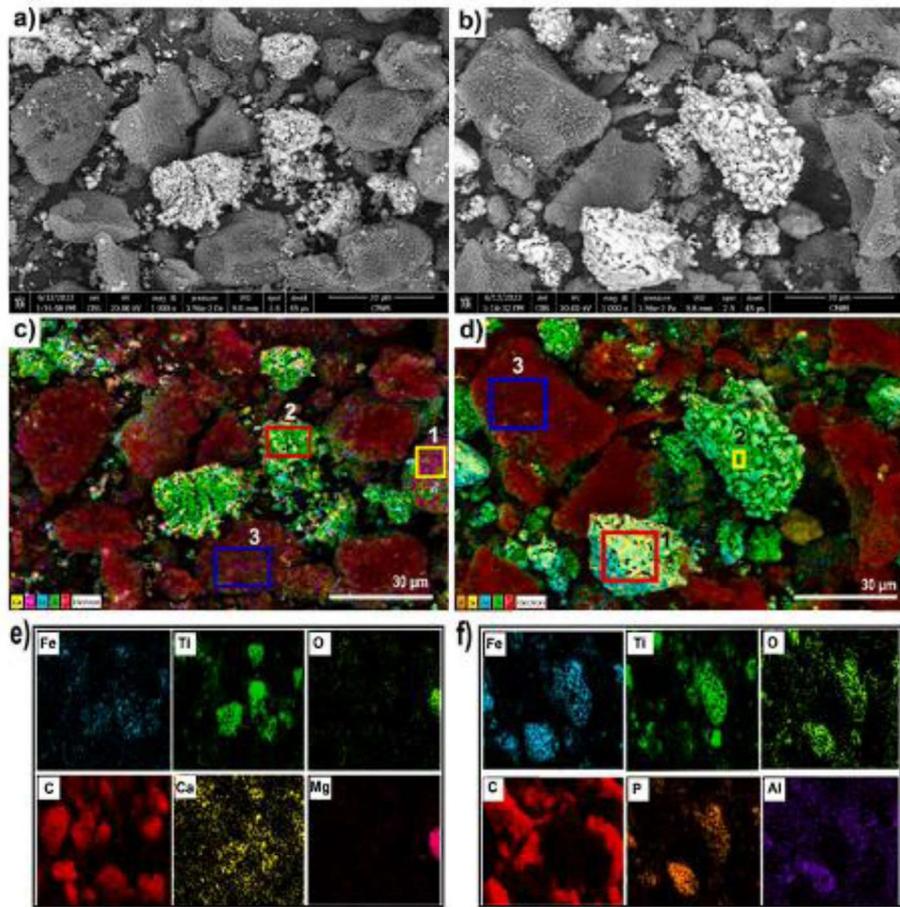


Fig. 1 Analisis SEM-EDS terhadap produk reduksi ilmenit dengan penambahan tiga kali pada suhu 1200 °C selama 120 menit: morfologi produk reduksi saat (a) menggunakan PKS-B dan (b) PKS-BA menggunakan mode *back-scattered*. Pemetaan unsur dari produk reduksi dengan reduktor PKS-B (c) dan PKS-BA (d) [102].

Residu reduksi yang kaya TiO₂ kemudian diekstraksi menggunakan metode fusi alkali dan pelindian asam. Hasil fusi NaOH pada 850 °C mengkonversi ilmenit menjadi senyawa Na₂TiO₃ dan Na₂FeO₂. Pelindian air dan selanjutnya pelindian HCl 6.5 M (90 °C, 4 jam) memberikan hasil terbaik dengan kandungan TiO₂ mencapai 94,2%, jauh lebih tinggi dibandingkan pelindian tanpa fusi (43,9%). XRD menunjukkan konversi fase pseudobrookite menjadi rutil TiO₂, menandakan keberhasilan pemurnian dari senyawa besi pengganggu [102 dan 103].

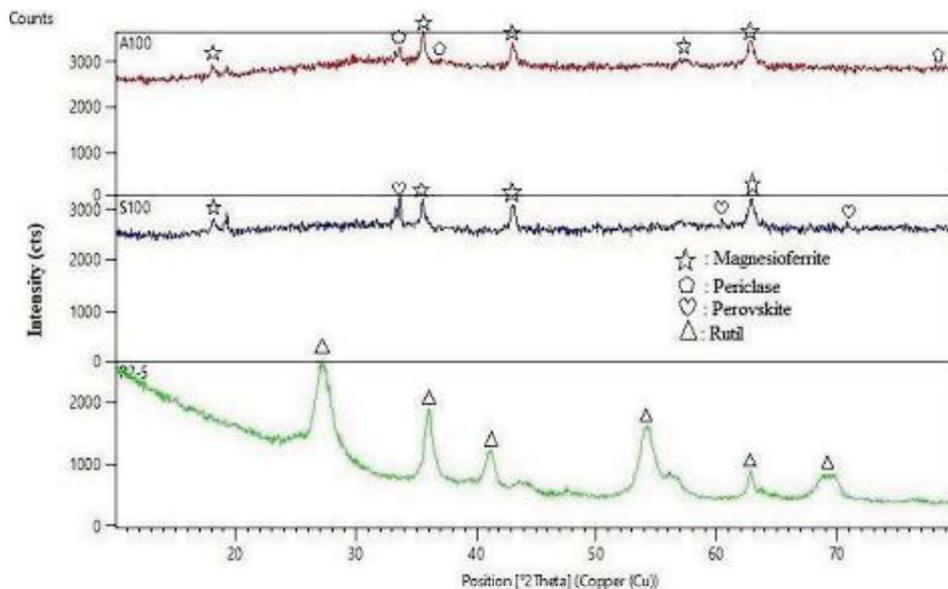


Fig. 2 Result of XRD Analysis of Sample [102 dan 103].

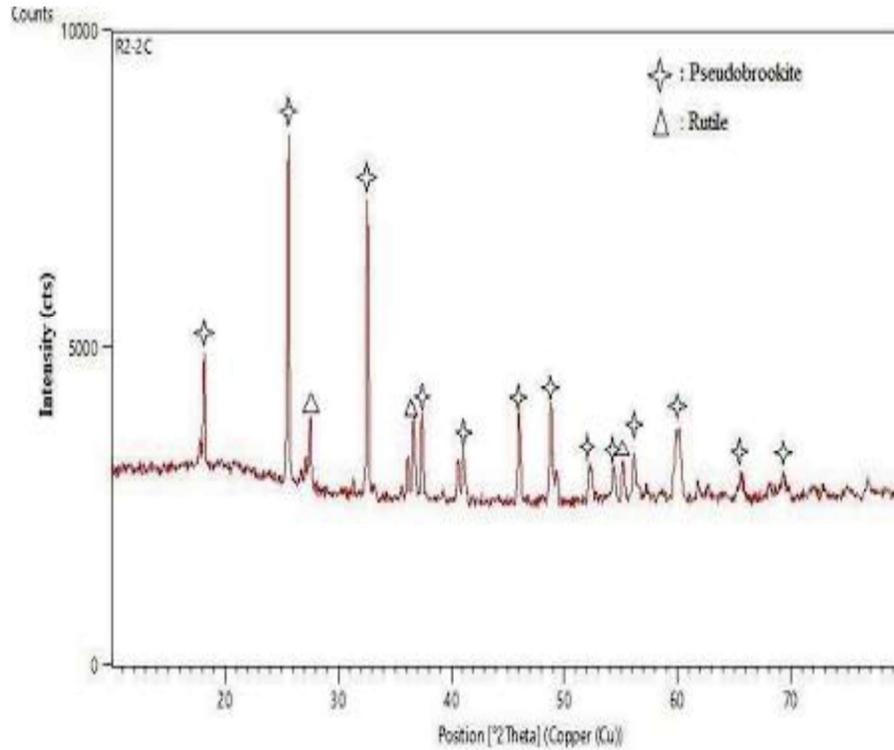
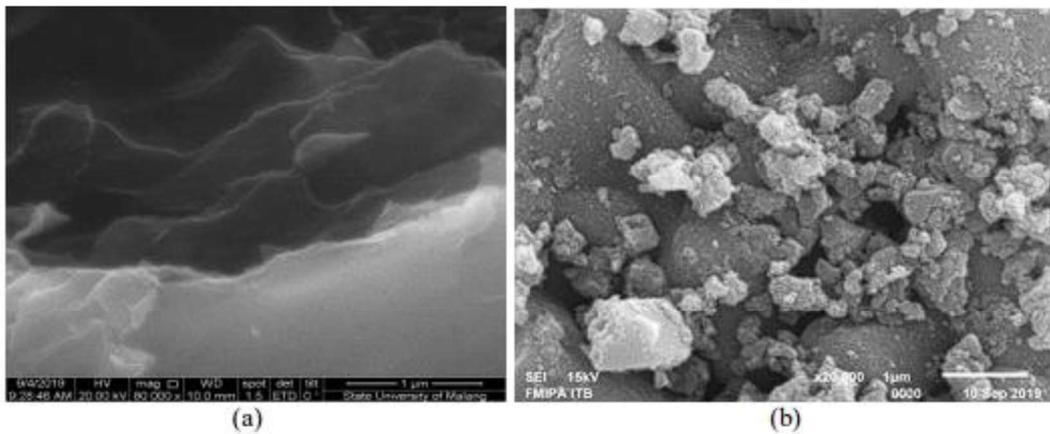


Fig. 3 Result of XRD Analysis of Extraction Products [102 dan 103].

Serbuk GO hasil oksidasi arang kelapa menunjukkan struktur lembaran oksidatif. Reduksi *microwave* (dengan L-askorbat) menghasilkan rGO dengan struktur *graphene-like*, terutama pada waktu 30–40 menit. XRD komposit menunjukkan fasa anatase dominan pada $2\theta = 25^\circ$, serta puncak khas rGO. SEM memperlihatkan partikel TiO_2 tersebar merata di atas lembaran rGO, menciptakan antarmuka efektif untuk transport muatan. FTIR mengkonfirmasi gugus fungsi C=O dan Ti–O, serta hilangnya gugus hidroksil pasca reduksi. Konduktivitas komposit meningkat signifikan seiring waktu iradiasi *microwave*, menunjukkan keberhasilan reduksi GO dan pentingnya rGO dalam meningkatkan mobilitas elektron pada sistem fotokatalitik [104].

Fig. 4 (a) The morphology of rGO and (b) rGO 40-TiO₂ [104].

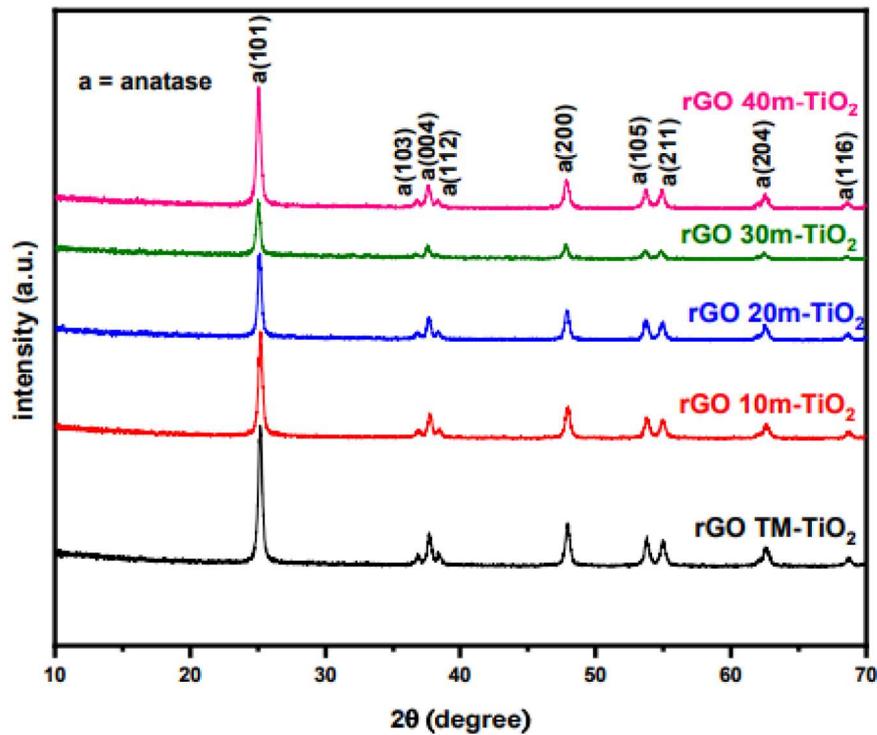


Fig. 5 XRD Komposit rGO-TiO₂ [104].

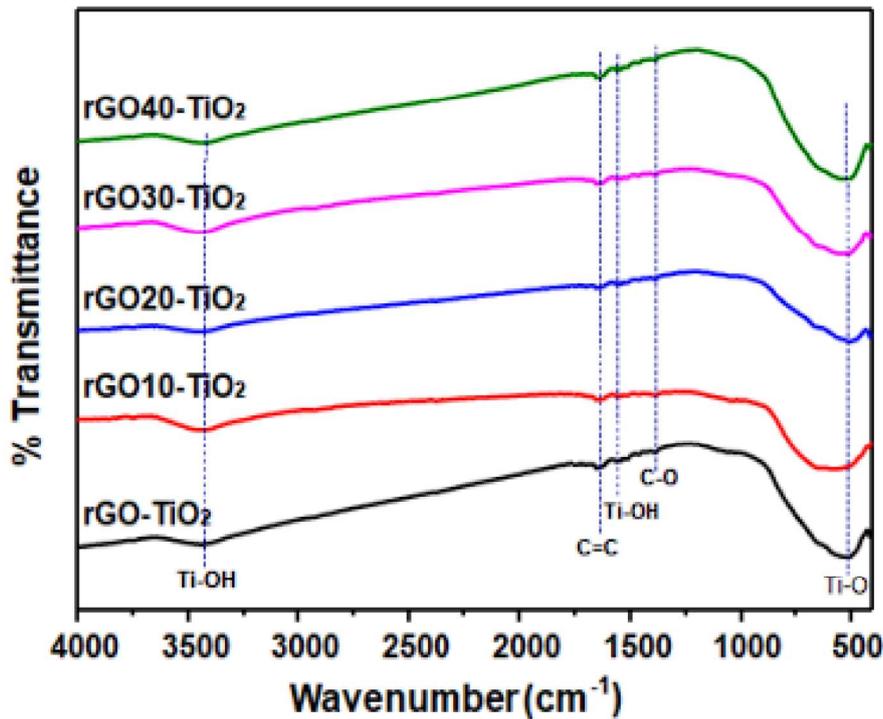


Fig. 6 FTIR Komposit rGO-TiO₂ [104].

Komposit rGO-TiO₂ diuji dalam fotodegradasi metilen biru (MB, 10 ppm) di bawah lampu UV 365 nm selama 30 menit. Komposit rGO-30-TiO₂ menunjukkan efisiensi tertinggi (96,03%), melebihi TiO₂ murni (83%). Peningkatan ini disebabkan oleh peran rGO dalam memfasilitasi *transfer* elektron, mempercepat pemisahan pasangan e⁻/h⁺ dan mengurangi rekombinasi. Sifat adsorpsi rGO juga memperkuat interaksi dengan MB. Artinya, rGO dari tempurung kelapa berfungsi ganda: sebagai konduktor dan penguat permukaan aktif fotokatalis [103 dan 104].

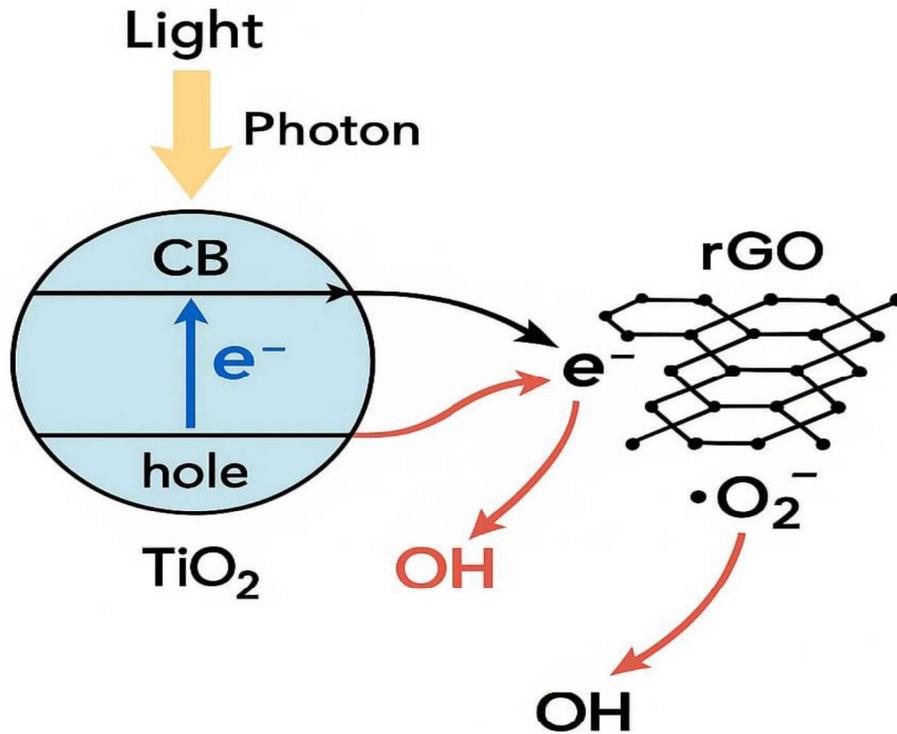


Fig. 7 Mekanisme *Transfer* Elektron pada Komposit rGO-TiO₂ [104].

4. KESIMPULAN

Penelitian ini memanfaatkan tempurung kelapa sawit (PKS) secara menyeluruh sebagai sumber karbon dan prekursor material fungsional dalam pengolahan ilmenit asal Banten, yang diketahui mengandung 56,048% Fe dan 37,120% Ti dengan fasa utama FeTiO₃ berdasarkan hasil XRD. Pada tahap awal, PKS yang tidak dikarbonisasi (PKS-B) digunakan sebagai reduktor biomassa dalam proses reduksi langsung terhadap ilmenit pada suhu 1200 °C dengan rasio mol C/O 1:1. Proses ini menghasilkan derajat metalisasi (MD) tinggi sebesar 98,6±0,7%, lebih tinggi dibandingkan PKS-BA (96,6±0,7%), karena kandungan volatil PKS-B yang lebih besar mampu meningkatkan aktivitas reduksi terutama pada suhu >1100 °C. Reduksi ini tidak hanya menghasilkan logam Fe tetapi juga *slag* kaya TiO₂, yang berpotensi dimurnikan lebih lanjut. Tahap selanjutnya adalah pemurnian *slag* hasil reduksi menggunakan metode fusi alkali diikuti pelindian (*leaching*) dengan berbagai jenis asam. Hasil terbaik diperoleh dari pelindian menggunakan HCl, yang menghasilkan konsentrasi TiO₂ tertinggi sebesar 94,189%, menunjukkan bahwa HCl lebih efektif dibandingkan asam asetat dan asam sitrat dalam mengekstrak TiO₂ dari residu hasil reduksi. Proses ini menunjukkan kesinambungan pemanfaatan biomassa PKS, di mana limbah hasil reduksi tidak hanya dibuang, tetapi diolah menjadi sumber TiO₂ murni. Material TiO₂ hasil *leaching* tersebut kemudian dimanfaatkan kembali dalam sintesis komposit fotokatalitik dengan *reduced graphene oxide* (rGO), yang juga berasal dari PKS sebagai prekursor karbon. Sintesis dilakukan dengan metode *sol-gel* yang dibantu iradiasi *microwave*, serta menggunakan *L-ascorbic acid* (LAA) sebagai reduktor. Hasilnya adalah nanokomposit rGO-TiO₂ dengan morfologi lembaran terkelupas khas rGO dan celah pita optik sebesar 4,73 eV. Komposit ini menunjukkan efisiensi tinggi dalam mendegradasi polutan organik metilen biru (MB), yaitu antara 82,9%–96,03% hanya dalam 30 menit. Rangkaian proses ini menegaskan bahwa PKS tidak hanya berperan dalam tahap reduksi, tetapi juga menyediakan sumber karbon untuk sintesis material canggih, menjadikannya solusi ramah lingkungan yang terintegrasi untuk aplikasi metalurgi dan fotokatalisis. Penelitian lanjutan disarankan untuk mengeksplorasi pelindian asam campuran serta pemanfaatan alternatif bahan fusi seperti monosodium glutamat (MSG) dalam proses fusi kaustik.

DAFTAR PUSTAKA

- [98] Abd Rashid, R. Z., Mohd Salleh, H., Ani, M. H., Yunus, N. A., Akiyama, T., & Purwanto, H. (2014). Reduction of low grade iron ore pellet using palm kernel shell. *Renewable Energy*, 63, 617–623. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2013.09.046>
- [99] Ahmad, A., Awan, H., & Aziz, S. (2013). Synthesis and applications of TiO₂ nanoparticles. In *70th Annual Session Proceedings of Engineering Congress Pakistan* (pp. 405–412).
- [100] Aristanti, Y., Supriyatna, Y. I., Masduki, N. P., & Soepriyanto, S. (2018). Decomposition of Banten ilmenite by caustic fusion process for TiO₂ photocatalytic applications. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 285. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/285/1/012005>

- [101] Aristanti, Y., Supriyatna, Y. I., Masduki, N. P., & Soepriyanto, S. (2019). Effect of calcination temperature on the characteristics of TiO₂ synthesized from ilmenite and its applications for photocatalysis. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 478. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/478/1/012019>
- [102] Attaurazaq, B., Harjanto, S., Ulum, R. M., Setiawan, A., & Kawigraha, A. (2025). Carbothermic reduction of ilmenite using non-carbonized biomass from palm kernel shell. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 11, 101119. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2025.101119>
- [103] Ginting, L. I. B., Manaf, A., Astuti, W., Supriyatna, Y. I., & Bahfie, F. (2023). Study of titanium dioxide (TiO₂) extraction process from ilmenite Banten. *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science*, 1201(1), 012092. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1201/1/012092>
- [104] Hikmah, U., Yanti, D. R., Axala, D. L. G., Hastuti, E., & Prasetyo, A. (2024). Synthesis of material composite rGO–TiO₂ from coconut shells by sol-gel methods as photocatalyst. *Indonesian Journal of Applied Physics*, 14(1), 70–78. <https://doi.org/10.13057/ijap.v14i1.77714>
- [105] Mohar, M. T., Fatmawati, D., & Sasongko, S. B. (2013). Production of titanium dioxide pigments from ilmenite remaining zircon sand processing with the Becher process. *Journal of Chemical and Industrial Technology*, 2, 110–116.
- [106] Murakami, T., Higashi, R., Maruoka, D., & Kasai, E. (2021). Reduction of iron ore by uncarbonized biomass in a rotary kiln type furnace. *ISIJ International*, 61(12), 2971–2978. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-342>
- [107] Nabila, R., et al. (2023). Oil palm biomass in Indonesia: thermochemical upgrading and its utilization. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 176, 113193. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2023.113193>
- [108] Setiawan, A., Rhamdhani, M. A., Pownceby, M. I., Webster, N. A. S., & Harjanto, S. (2021). Kinetics and mechanisms of carbothermic reduction of weathered ilmenite using palm kernel shell biomass. *Journal of Sustainable Metallurgy*, 7(4), 1819–1837. <https://doi.org/10.1007/s40831-021-00457-w>
- [109] Setiawan, A., Shaw, M., Torpy, A., Pownceby, M. I., Harjanto, S., & Rhamdhani, M. A. (2020). Solar carbothermic reduction of ilmenite using palm kernel shell biomass. *JOM*, 72(10), 3410–3421. <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04297-z>
- [110] Sommerfeld, M., & Friedrich, B. (2021). Replacing fossil carbon in the production of ferroalloys with a focus on bio-based carbon: a review. *Minerals*, 11(11). <https://doi.org/10.3390/min11111286>
- [111] Subasinghe, H. C. S., & Ratnayake, A. S. (2023). Effect of different carbon sources on the conversion of ilmenite into synthetic rutile via ball milling induced carbothermic reduction. *Journal of Alloys and Compounds*, 954, 170086. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170086>
- [112] Supriyatna, Y. I., Sumardi, S., Astuti, W., Nainggolan, A. N., Ismail, A. W., Petrus, H. T. B. M., & Prasetya, A. (2020). Characterization and a preliminary study of TiO₂ synthesis from Lampung iron sand. *Key Engineering Materials*, 849, 113–118.
- [113] Yana, S., Nizar, M., Irhamni, & Mulyati, D. (2022). Biomass waste as a renewable energy in developing bio-based economies in Indonesia: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 160(5), 112268. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2022.112268>
- [114] Zulkania, A., Rochmadi, R., Hidayat, M., & Cahyono, R. B. (2022). Reduction reactivity of low grade iron ore-biomass pellets for a sustainable ironmaking process. *Energies*, 15(1). <https://doi.org/10.3390/en15010137>