



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:

- Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
- Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.

2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

# **PENGARUH SUHU PADA PEMBENTUKAN PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) MELALUI METODA KAUSTIK SODA DENGAN MENGGUNAKAN PELARUT ASAM KLORIDA**

## **TESIS**



**BUDI HERMAWAN  
06207012**

**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG 2008**



## **Bismillahirrahmaanirrahiim**

*Sesungguhnya Dia menciptakan yang mati dan yang hidup  
adalah untuk mengetahui siapa yang terbaik amalnya (QS : Al-Mulk : 3)  
Semoga segala amal dan usaha ini menjadi ibadah di sisiNYA  
Semoga amal ini menjadi berkah dalam rangka mengikuti sunnahnya*

*Kupersembahkan teruntuk Ibunda Emi Suhaemi (Alm) dan ayahanda Aman  
Suherman*

*Atas segala kasih dan cintanya hingga akhir hayatnya, sehingga tercapai segala  
cita-citaku*

*Kupersembahkan jua untuk yang terkasih dan tersayang istriku (Meria Nelta)  
Dan buah hatiku (Muhammad Tsaqib, Zhafran Hidayatullah, Ahmad Faris  
Ansharullah, Fathiyyah Muthmainnah dan Muhammad Azzam Rabbani) yang  
selalu mendo'akan dalam setiap usahaku dalam meraih kesuksesan ini*


*Terakhir semoga amal ini, menjadi cambuk bagiku untuk berkarya lagi  
Dan mempersembahkan amal-amal yang terbaik bagi ummat dan menambah  
Khasanah ilmu pengetahuan*

*Aamiin*



## PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Dengan ini saya menyatakan, bahwa isi tesis ini yang berjudul : “Pengaruh Suhu Pada Pembentukan *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)* Melalui Metoda Kaustik Soda Dengan Menggunakan Pelarut Asam Klorida”, adalah benar hasil penelitian dan karya saya, bukan hasil jiplakan atau tiruan, kecuali kutipan yang tercantum di dalam tesis ini. Apabila pernyataan ini tidak benar maka kelulusan dan gelar yang saya peroleh menjadi batal dengan sendirinya.



Padang, 13 Juni 2008  
Yang membuat pernyataan

Budi Hermawan  
06207012

## RIWAYAT HIDUP

Penulis lahir di kota Jakarta pada tanggal 8 Januari 1970, merupakan anak ketiga dari tujuh bersaudara dari pasangan Aman Suherman dan Emi Suhaemi. Penulis menamatkan pendidikan di SDN III Mekarjaya Depok pada tahun 1982, SMPN 1 Depok pada tahun 1985 dan SMAN 1 Depok pada tahun 1988. Penulis memperoleh Sarjana Muda pada jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia pada tahun 1991. Penulis melanjutkan pendidikan Sarjana Pendidikan Kimia di Universitas Terbuka dan menamatkannya pada tahun 1997. Pada tahun 2006 penulis melanjutkan pendidikan ke program Pascasarjana (S2) Universitas Andalas di Padang Sumatera Barat, dan menamatkannya pada tahun 2008. Sejak tahun 1992, penulis bekerja sebagai guru bidang studi Kimia pada Sekolah Menengah Atas (SMA) dengan perincian sebagai berikut :

1. Pada tahun 1992 – 2000 di SMAN 2 Luhak Kabupaten lima Puluh Kota
2. Pada tahun 2000- 2005 di SMAN 1 Matur Kabupaten Agam
3. Pada tahun 2005 sampai sekarang di SMAN 1 Banuhampu Kabupaten Agam



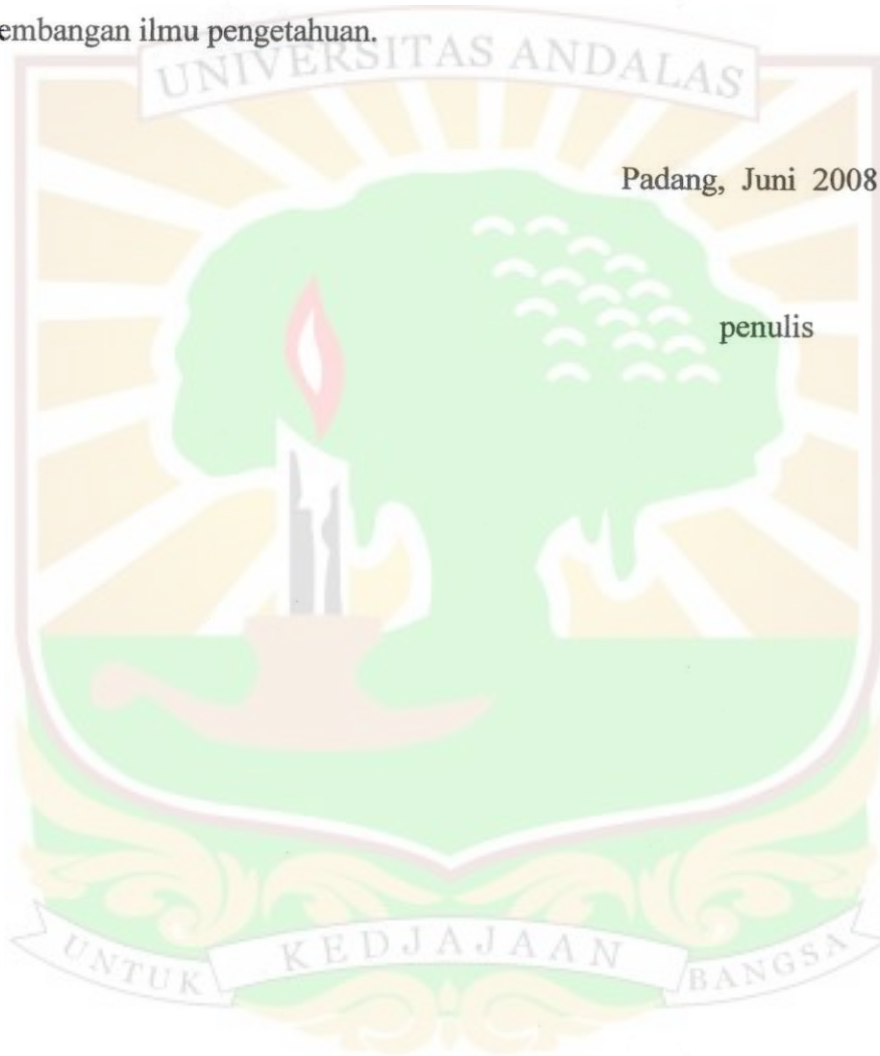
## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada ALLAH SWT, yang telah melimpahkan hidayahnya hingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis ini yang berjudul “Pengaruh Perubahan Suhu Pada Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Melalui Metode Kaustik Soda Dengan Menggunakan Pelarut Asam Klorida”. tesis ini ditulis sebagai satu syarat untuk meraih gelar Magister Kimia Program Pascasarjana Universitas Andalas Padang. Tesis ini disusun berdasarkan hasil penelitian di laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas, Oleh karena itup ada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Gubernur Sumatera Barat.
2. Bapak Kepala Dinas Pendidikan Propinsi Sumatera Barat.
3. Bapak Dr.Syukri Arief, M.Eng, sebagai pembimbing I.
4. Bapak Prof.Dr.H.Novesar Jamarun, MS, sebagai pembimbing II
5. Bapak Direktur Program Pascasarjana Universitas Andalas.
6. Bapak Dr. Djaswir Darwis, MSDEA, sebagai Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
7. Seluruh Dosen pada Jurusan Kimia FMIPA Unand.
8. Ibu Nina, selaku analis kimia laboratorium Kimia Anorganik Universitas Andalas
9. Teman-teman angkatan 2006.

10. Karyawan dan karyawan pada program Pascasarjana Universitas Andalas yang telah mengurus semua administrasi.

Penulis menyadari akan keterbatasan ilmu dan pengalaman dalam melakukan penelitian ini, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun sehingga akan memberikan hasil lebih baik dan berguna bagi perkembangan ilmu pengetahuan.





## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR</b>	.....	x
<b>DAFTAR ISI</b>	.....	xii
<b>DAFTAR TABEL</b>	.....	xv
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	.....	xvi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	.....	xvii
<b>I. PENDAHULUAN</b>		
1.1 Latar belakang	.....	1
1.2 Perumusan masalah	.....	3
1.3 Tujuan	.....	3
1.4 Manfaat	.....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>		
2.1 Batu Gamping	.....	5
2.2 Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )	.....	7
2.3 <i>Precipitated Calcium Carbonate (PCC)</i>	.....	7
2.4 Kalsium Oksida ( $\text{CaO}$ )	.....	8
2.5 Natrium Karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )	.....	9
2.6 Metoda Pembuatan <i>Precipitated Calcium Carbonate (PCC)</i>	....	9
2.7 Asam Klorida ( $\text{HCl}$ )	.....	11
2.8 Metoda Kaustik Soda	.....	11
2.9 Metoda Analisis	.....	14
2.9.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	.....	14
2.9.2 <i>X-Ray Fluorecence (XRF)</i>	.....	15

2.9.3	Mikroskop Optis .....	15
2.9.4	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	16

### III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Waktu dan Tempat Penelitian .....	18
3.2	Alat dan Bahan .....	18
3.3	Prosedur Kerja .....	18
3.3.1	Proses Perlakuan Awal .....	18
3.3.2	Proses Pelarutan CaO .....	19
3.3.2.1	Proses Pelarutan CaO dengan Aquabides .....	19
3.3.2.2	Proses Pelarutan CaO dengan Variasi Konsentrasi HCl .....	19
3.3.3	Variasi Konsentrasi HCl .....	19
3.3.4	Variasi Suhu .....	20
3.3.5	Penyaringan dan Pencucian Produk .....	20
3.3.6	Karakterisasi PCC .....	20

### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Komposisi Kimia Batu Kapur .....	21
4.2	Pengaruh konsentrasi larutan asam klorida terhadap rendemen PCC .....	22
4.3	Persentase Rendemen PCC tanpa Pelarut HCl .....	24
4.4	Pengaruh suhu terhadap Rendemen PCC .....	25
4.5	Hasil Analisis XRD PCC dengan Pelarut HCl yang konsentrasinya 0,75 M .....	27
4.6	Hasil Analisis SEM PCC dengan Pelarut HCl Yang Konsentrasinya 0,75 M .....	31



**V. KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan ..... 34

5.2 Saran ..... 35

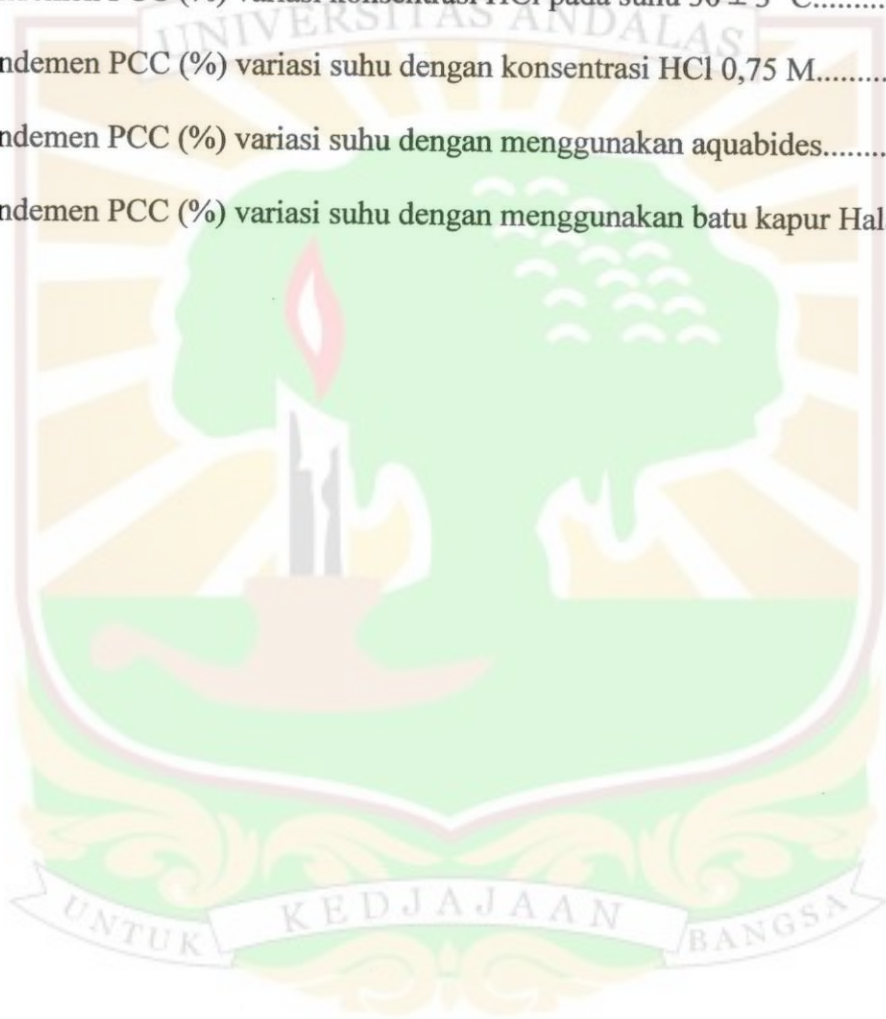
**VI. DAFTAR PUSTAKA** ..... 36

## DAFTAR TABEL

### Tabel

### Halaman

1. Komposisi kimia batu kapur .....	21
2. Data komposisi bahan batu kapur berdasarkan pengukuran XRF.....	38
3. Rendemen PCC (%) variasi konsentrasi HCl pada suhu $30 \pm 3$ °C.....	39
4. Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan konsentrasi HCl 0,75 M.....	40
5. Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan menggunakan aquabides.....	41
6. Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan menggunakan batu kapur Halaban.....	42





## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap rendemen PCC .....	22
2. Pengaruh suhu terhadap rendemen PCC dengan menggunakan pelarut HCl dan dengan menggunakan aquabides .....	25
3. Pola XRD PCC dengan menggunakan HCl 2,00 M pada suhu $30 \pm 3$ °C...	27
4. Pola XRD PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $30 \pm 3$ °C....	29
5. Pola XRD PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $70 \pm 3$ °C...	30
6. SEM PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $30 \pm 3$ °C .....	31
7. SEM PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $70 \pm 3$ °C .....	32
8. SEM PCC pada suhu $30 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 5000 kali .....	53
9. SEM PCC pada suhu $70 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 2000 kali .....	54
10. SEM PCC pada suhu $30 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 20000 kali .....	55
11. SEM PCC pada suhu $30 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 10000 kali .....	56

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Data Komposisi Bahan Batu Kapur .....	38
2. Rendemen PCC (%) Variasi Konsentrasi HCl pada suhu $30 \pm 3$ °C.....	39
3. Rendemen PCC (%) Variasi Suhu dengan Konsentrasi HCl 0,75 M.....	40
4. Rendemen PCC (%) Variasi Suhu dengan Menggunakan Aquabides.....	41
5. Rendemen PCC (%) Variasi Suhu dengan Menggunakan Batu Kapur Halaban .....	42
6. Perhitungan Nilai Rendemen PCC .....	43
7. Spektrum Standar PCC Kalsit .....	44
8. Spektrum Standar PCC Aragonit .....	45
9. Spektrum Standar PCC Vaterit .....	46
10. Spektrum PCC pada Suhu $30 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 2,00 M....	47
11. Spektrum PCC pada Suhu $30 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M..	48
12. Spektrum PCC pada Suhu $70 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M..	49
13. Perhitungan Ukuran Kristal dengan Metoda Scherrer PCC pada suhu $30 \pm 3$ °C Dengan menggunakan HCl 2,00 M .....	50
14. Perhitungan Ukuran Kristal dengan Metoda Scherrer PCC pada suhu $30 \pm 3$ °C Dengan menggunakan HCl 0,75 M .....	51
15. Perhitungan Ukuran Kristal dengan Metoda Scherrer PCC pada suhu $70 \pm 3$ °C Dengan menggunakan HCl 0,75 M .....	52
16. Hasil SEM PCC pada Suhu $30 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0.75 M Perbesaran 5000 kali .....	53
17. Hasil SEM PCC pada Suhu $70 \pm 3$ °C dengan menggunakan HCl 0,75 M Perbesaran 2000 kali .....	54



18. Perhitungan Ukuran Partikel PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $30 \pm 3^{\circ}\text{C}$ berdasarkan SEM .....	55
19. Perhitungan Ukuran Partikel PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $70 \pm 3^{\circ}\text{C}$ berdasarkan SEM .....	56
20. Perhitungan komposisi kristal PCC dengan menggunakan HCl 2,00 M pada suhu $30 \pm 3^{\circ}\text{C}$ berdasarkan SEM .....	57
21. Perhitungan komposisi kristal PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $30 \pm 3^{\circ}\text{C}$ berdasarkan SEM .....	58
22. Perhitungan komposisi kristal PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu $70 \pm 3^{\circ}\text{C}$ berdasarkan SEM .....	59
23. Skema kerja .....	60



# I. PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Propinsi Sumatera Barat merupakan daerah yang mempunyai potensi akan sumber daya alam yang melimpah seperti batu kapur, sebagai bahan baku yang banyak digunakan dalam berbagai macam sektor seperti pertanian, konstruksi, kosmetik, kesehatan dan industri. Daerah-daerah di Sumatera Barat yang banyak terdapat batu kapur diantaranya : kabupaten Pasaman (1,3 juta ton), kabupaten Solok (6,24 juta ton), kabupaten 50 kota (507,8 juta ton), kabupaten Sawahlunto Sijunjung (348,3 juta ton) dan kota Padang Panjang (43 juta ton).

Di Sumatera barat penggunaan batu kapur pada saat ini hanya sebatas pada penggunaan kapur tohor, kapur pasang dan batu kapur sebagai bahan baku pada pembuatan semen, sehingga masih belum mempunyai nilai jual yang tinggi. Hal inilah yang menyebabkan timbul usaha untuk meningkatkan nilai jual dari produk batu kapur sehingga akan meningkatkan PAD (Pendapatan Asli Daerah) di Sumatera Barat itu sendiri. Diantaranya dengan cara mengolah batu kapur menjadi produk yang lebih tinggi nilai jualnya seperti : *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)* (Dinas Pertambangan Sumbar, 2006).

*Precipitated Calcium Carbonate (PCC)* mempunyai prospek peningkatan nilai ekonomi yang tinggi, Hal ini terbukti dengan harga PCC di pasar domestik sesuai dengan jenisnya sebagai berikut : PCC jenis pengisi harganya Rp. 300 – Rp. 400 per kg dan PCC jenis pelapis harganya Rp. 800 – Rp. 1.500 per kg, hal tersebut tentunya tergantung pada kualitas PCC itu sendiri (Azis dan Nuryadi 1996).



*Precipitated Calcium Carbonate (PCC)* mempunyai nilai ekonomi yang tinggi karena merupakan produk yang mempunyai banyak keunggulan dibandingkan produk batu kapur yang lain diantaranya : distribusi ukuran partikelnya sempit, sifatnya yang mudah diatur, kehomogenannya yang tinggi dan keseragaman bentuk partikelnya tinggi. PCC pada saat ini penggunaannya semakin luas diantaranya di bidang industri yaitu : industri cat, pasta gigi, filler kertas, plastik, karet, obat dan makanan. PCC dihasilkan melalui beberapa tahapan reaksi kimia (Potgieter et al., 2003).

Proses pembuatan PCC dapat dilakukan dengan tiga macam metoda, yaitu metoda kaustik soda, metode karbonasi dan metoda solvay. Pada metoda kaustik soda, batu kapur dikalsinasi melalui pembakaran dengan suhu tinggi menjadi  $\text{CaO}$ , lalu di slaking menjadi  $\text{Ca(OH)}_2$  dan kemudian direaksikan dengan larutan natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) sehingga terbentuk endapan kalsium karbonat (PCC). Namun rendemen PCC dengan metoda ini relatif rendah karena kelarutan  $\text{Ca(OH)}_2$  yang rendah dalam air. ( $K_{sp} \text{Ca(OH)}_2 = 7,9 \times 10^{-6}$ ), jika  $\text{CaO}$  hasil kalsinasi dilarutkan dalam asam sehingga menghasilkan garam dengan kelarutan tinggi seperti  $\text{CaCl}_2$  maka akan meningkatkan jumlah rendemen PCC yang dihasilkan.

Kemudian proses pertumbuhan kristal PCC dapat dipengaruhi perubahan suhu yaitu ketika  $\text{Ca(OH)}_2$  atau  $\text{CaCl}_2$  direaksikan dengan larutan natrium karbonat, dengan metoda karbonasi pada suhu  $30^\circ\text{C}$  diharapkan akan dihasilkan PCC dengan kristal kalsit dan pada suhu diatas  $30^\circ\text{C}$  diharapkan dihasilkan PCC dengan kristal aragonit (Deperindag, 2003). Pada pembuatan PCC dengan metoda kaustik soda modifikasi, dengan menggunakan pelarut asam nitrat yang konsentrasinya divariasikan akan meningkatkan rendemen PCC yang dihasilkan

dan menghasilkan bentuk kristal yang berbeda. Pada perlakuan dengan asam nitrat 2,00 M diperoleh rendemen PCC sebesar 96,52 % dan bentuk kristalnya vaterit, sedangkan perlakuan dengan asam nitrat 1,00 M diperoleh rendemen PCC sebesar 65,72 % dan bentuk kristalnya kalsit (Yulfitrin, 2007). Pada penelitian ini PCC disintesis dengan metoda kaustik soda dengan penambahan larutan asam klorida,  $\text{Ca(OH)}_2$  atau  $\text{CaCl}_2$  direaksikan dengan larutan natrium karbonat dilakukan pada suhu yang bervariasi.

### 1.2. Perumusan Masalah

Dalam metoda kaustik soda batu kapur dikalsinasi melalui pembakaran dengan suhu tinggi menjadi  $\text{CaO}$ , lalu dihidrasi dengan air menjadi  $\text{Ca(OH)}_2$  dan kemudian direaksikan dengan larutan natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) sehingga terbentuk endapan kalsium karbonat (PCC). Namun rendemen PCC dengan metoda ini relatif rendah karena kelarutan  $\text{Ca(OH)}_2$  yang rendah dalam air. Apabila batu kapur hasil kalsinasi dapat dilarutkan menjadi garam dengan kelarutan tinggi, diharapkan jumlah rendemen PCC yang dihasilkan dapat ditingkatkan (Brady and Holum, 1992). Oleh karena itu dalam penelitian ini akan menyelidiki bagaimana pengaruh suhu dan penambahan larutan HCl terhadap jumlah rendemen PCC dan proses pertumbuhan kristal PCC ketika  $\text{Ca(OH)}_2$  atau  $\text{CaCl}_2$  direaksikan dengan larutan natrium karbonat dengan menggunakan metoda kaustik soda.

### 1.3. Tujuan

Penelitian ini mempunyai tujuan sebagai berikut :

1. Mengolah batu kapur menjadi PCC melalui metoda kaustik soda.

2. Mempelajari pengaruh suhu terhadap jumlah rendemen PCC dan bentuk kristal PCC yang dihasilkan.
3. Mempelajari pengaruh penambahan larutan HCl pada pembentukan PCC dengan metoda kaustik soda.

#### 1.4 Manfaat

Penelitian ini diharapkan akan memberikan manfaat berupa informasi tentang pengaruh suhu dan penambahan larutan HCl terhadap jumlah rendemen PCC dan bentuk kristal PCC yang dihasilkan, dengan menggunakan metoda kaustik soda.





## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Batu Gamping

Batu gamping atau batu kapur merupakan salah satu bahan galian industri yang potensinya sangat besar dengan cadangan lebih dari 28 milyar ton yang tersebar hampir di seluruh daerah di Indonesia (Dinas Pertambangan, 2006). Batu gamping atau Batu Kapur merupakan mineral yang terjadi secara alami. Pada umumnya terbentuk karena proses pengendapan fosil binatang dan tumbuhan yang hidup di laut dan menumpuk di dasar laut. Di bawah tekanan tinggi akan mengeras menjadi batuan dan karena proses-proses alami seperti pergeseran, maka akan timbul ke permukaan laut dan terangkat menjadi pegunungan batu kapur (Ghevarhese et al., 2002).

Apabila diberi larutan asam klorida, maka akan menimbulkan reaksi dengan keluarnya gas  $\text{CO}_2$ . Kalsium batu kapur pada suhu agak tinggi akan mengeluarkan  $\text{CO}_2$  dan sisa larutan tersebut sebagai kapur tohor (*quicklime*) yang terdiri dari kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ). Apabila kapur tohor diberi air, maka akan terjadi penghidratan yang cepat membentuk kalsium hidroksida ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) (Azis, 1997).

Pada umumnya batu kapur mengandung campuran mineral kalsium karbonat, kalsium oksida sebagai komponen utama dan magnesium karbonat sebagai komponen sekunder serta besi, silika, alumina, sulfur dan komponen lainnya sebagai pengotor. Komposisi kimia batu kapur bervariasi berdasarkan daerah depositnya. Suatu batu dapat dikatakan batu kapur yang bisa diolah menjadi kalsium apabila mengandung minimal 50 % kalsium karbonat (Potgieter et al., 2002).

Berdasarkan komposisi kimia yang menyusun mineral dan sifat fisik mineral maka mineral batu kapur dapat dibedakan menjadi 4 jenis yaitu (Bush, 1998) :

1. Kalsit

Merupakan senyawa  $\text{CaCO}_3$  dalam bentuk kristal rombohedral dengan Mr 100 g/mol, berwarna putih, densitas  $2,7 \text{ g/cm}^3$  pada suhu  $20^\circ\text{C}$  dengan kekerasan 3 Mohs.

2. Dolomit

Batu kapur yang mengandung 54-58 %  $\text{CaCO}_3$  dan 20-44 %  $\text{MgCO}_3$ , kristal berbentuk rombohedral, densitas  $3,0 \text{ g/cm}^3$  dengan kekerasan 3,5-4 Mohs.

3. Aragonit

Kalsium karbonat dengan bentuk kristal ortorombik, berwarna putih, densitas  $2,93 \text{ g/cm}^3$  dengan kekerasan 3,5-4 Mohs.

4. Magnesit

Senyawa  $\text{MgCO}_3$  berwarna putih, coklat atau merah kecoklatan dengan struktur rombohedral.

Batu Kapur merupakan bahan dasar yang umum digunakan dalam berbagai bidang kehidupan. Dalam bidang pertanian digunakan untuk pengapuran tanah masam, untuk memperbaiki kesuburan tanah karena dapat memperbaiki sifat-sifat fisika, kimia dan biologis tanah. Dalam bidang konstruksi, batu kapur dalam bentuk pasir digunakan untuk bangunan dan penimbunan jalan, serta dalam bidang kesehatan sebagai sumber kalsium yang termasuk unsur penting bagi makhluk hidup.



## 2.2 Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )

Kalsium karbonat merupakan garam yang sukar larut dalam air, dengan harga  $K_{sp}$  sebesar  $4,8 \times 10^{-9}$  pada suhu  $25^\circ\text{C}$  (Vogel, 1979). Di alam kalsium karbonat adalah mineral yang berwarna putih. Ada tiga jenis kalsium karbonat kristal yang paling umum yaitu kalsit, aragonit dan vaterit. Kalsit dan aragonit merupakan kristal yang terdapat di alam, terutama kristal kalsit yang mudah dikenal dan diperoleh. Komposisi utama batu gamping, marmer dan travertin adalah kalsit.

Kristal kalsit berupa kubus yang setiap kubusnya selalu berbentuk bidang datar (*cleavage*). Hal ini dapat dilihat pada bentuk butiran tunggal baik hasil penggerusan maupun hasil reaksi kimia. Kristal aragonit kebanyakan berupa serat halus memanjang tidak teratur (*radiating acicular*) dan hanya sedikit ditemukan di alam. Kristal vaterit diyakini tidak dapat ditemukan di alam. Vaterit buatan yang ternyata memiliki sifat yang sangat tidak stabil dalam air, secara berangsur berubah menjadi kalsit. Kristal kalsit bersistem kristal trigonal, aragonit ortorombik dan vaterit pseudo heksagonal tidak beraturan (Azis, 1997). Untuk mendapatkan kalsium karbonat dilakukan dengan dua cara, yaitu :

1. Cara sederhana : dilakukan dengan cara batu kapur digiling dengan kehalusan tertentu yang disebut dengan *Ground Calcium Carbonate (GCC)*.
2. Cara reaksi Kimia : dilakukan dengan menggunakan metode tertentu seperti *Precipitated Calcium Carbonate* dan *Basic Calcium Carbonate* (Bowles, 1965).

## 2.3 *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*

Jenis kalsium karbonat yang mempunyai nilai jual yang tinggi dan banyak digunakan dalam berbagai industri pada masa sekarang dan yang akan datang



adalah : *PCC (precipitated Calcium Carbonat)*. *Precipitated Calcium Carbonat* atau *PCC* merupakan kalsium karbonat yang dapat diperoleh melalui reaksi kimia, kehomogenan partikelnya sangat baik. *PCC* dapat disintesis dari batu kapur melalui proses kalsinasi, hidrasi dan karbonasi atau proses larutan.

Ukuran partikel yang dihasilkan adalah : 0,02  $\mu\text{m}$  sampai dengan 0,2  $\mu\text{m}$ , dengan sebaran ukuran partikel yang sempit dan berwarna putih. *PCC* dapat dihasilkan dalam bentuk tepung maupun dalam bentuk larutan. *PCC* komersil tersedia dalam beberapa ukuran dan morfologi kristal (Oates, 1990 dan Azis, 1997). *PCC* dapat dibuat melalui tiga metode yaitu : metoda kaustik soda, karbonasi dan solvay.

*PCC* pada saat ini semakin luas penggunaannya diantaranya :

1. *PCC* butiran gelondongan (*Spindle Type*), ukuran partikelnya 1 – 2  $\mu\text{m}$  dan digunakan untuk pengisi karet plastic, pengisi cat, tinta gambar, kapur tulis, pembuatan kertas dan aditif makanan.
2. *PCC* butiran berupa serat-serat halus, memanjang tidak teratur (*Acicular Type*), ukuran partikelnya 1 – 2  $\mu\text{m}$  memanjang dan 0,2 – 0,3  $\mu\text{m}$  melebar dan digunakan sebagai bahan dasar pewarna, bahan pengisi pada kertas.
3. *PCC* butiran berbentuk kubus (*Dice Type*), ukuran diameter butirannya 0,3  $\mu\text{m}$  dan digunakan sebagai pewarna, pelapis kertas atau karton, memperbaiki sifat penyerapan tinta (Azis dan Nuryadi, 1996)

## 2.4 Senyawa Kalsium Oksida ( $\text{CaO}$ )

Kalsium oksida merupakan senyawa kimia yang disebut juga oksida basa karena jika direaksikan dengan air akan menghasilkan larutan yang bersifat basa. Kalsium

oksida merupakan senyawa kimia yang berwarna putih tetapi juga dapat berwarna abu-abu, coklat atau kuning tergantung pada kemurniannya dan mempunyai struktur kristal berbentuk kubus.  $\text{CaO}$  dapat dihasilkan dari pemanasan  $\text{CaCO}_3$  pada suhu diatas  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Kalsium oksida digunakan secara luas dalam industri seperti industri porselen dan kaca, pemurnian gula, bubuk pemutih, sebagai pelunak air, pembuatan kalsium sianamida dan kalsium karbida (Oates, 1990).

### 2.5 Natrium Karbonat

Garam natrium karbonat pada suhu kamar berwujud padat dan berwarna putih serta mudah larut dalam air atau mempunyai kelarutan yang tinggi, karena dalam kelompok garam karbonat hanya tiga jenis garam yang dapat larut dalam air yaitu : Natrium karbonat, kalium karbonat dan amonium karbonat, kelarutan garam natrium karbonat dalam air dipengaruhi oleh pH, semakin tinggi pH maka akan semakin besar kelarutannya. Natrium karbonat terdapat dalam bentuk anhidrat, monohidrat, heptahidrat dan dekahidrat. Dalam bentuk anhidrat mempunyai berat jenis  $2,5\text{ g/cm}^3$ , titik leleh  $851\text{ }^{\circ}\text{C}$ , bersifat higroskopis. (Theme, 1993)

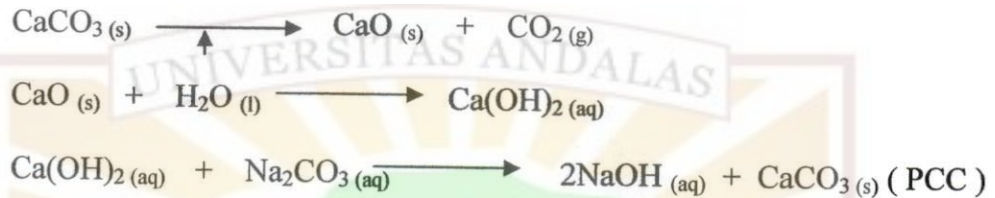
### 2.6 Metoda Pembuatan *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*

PCC dapat dibuat melalui tiga metode yaitu : metoda kaustik soda, solvay dan karbonasi. Bahan baku pembuatan PCC adalah batu gamping berkualitas tinggi dan kadar  $\text{CaO}$  diatas  $54\%$ ,  $\text{SiO}_2 < 0,2\%$ ,  $\text{MgO} < 0,3\%$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 < 0,2\%$ . (Azis dan Nuryadi, 1996)



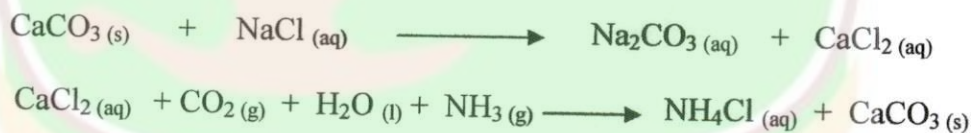
### 1. Metoda Kaustik soda

Metoda kaustik soda merupakan metoda pembuatan PCC dengan cara memanaskan batu kapur pada suhu tinggi, setelah itu oksida yang terbentuk ditambahkan air untuk selanjutnya ditambahkan natrium karbonat. Reaksi yang terjadi pada metoda ini adalah sebagai berikut :



### 2. Metoda Solvay

Metoda solvay merupakan metoda pembuatan PCC melalui reaksi antara batu kapur dengan garam natrium klorida. Metoda ini dapat digunakan untuk menghasilkan PCC dengan kemurnian yang tinggi tetapi tidak efisien untuk diaplikasikan pada proses industri karena membutuhkan bahan kimia yang cukup banyak. Reaksi yang terjadi pada metoda ini sebagai berikut :



### 3. Metoda karbonasi

Metoda karbonasi merupakan metoda pembuatan PCC yang paling efisien saat ini, karena disamping tidak menggunakan bahan kimia tambahan, metoda ini juga dapat memanfaatkan kembali hasil reaksi samping dalam setiap tahapan reaksi seperti pemakaian kembali gas  $\text{CO}_2$  hasil pemanasan batu kapur dan pemanfaatan kembali air hasil samping proses karbonasi. Disamping itu metoda karbonasi banyak dikembangkan karena dapat mengontrol bentuk dan ukuran partikel PCC



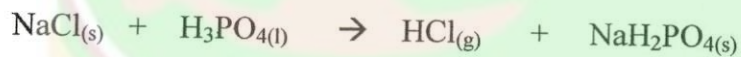
yang dihasilkan dengan mengendalikan reaksi kimianya, reaksi yang terjadi pada metoda ini sebagai berikut :



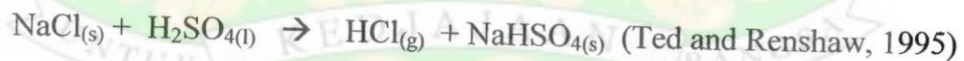
## 2.7 Asam Klorida (HCl)

Asam klorida merupakan senyawa dengan massa molekul relatif 36,50 yang mudah larut dalam air. Senyawa HCl murni berwujud gas dalam suhu kamar, 25 °C. Asam klorida mempunyai massa jenis 1,268 g/cm<sup>3</sup>, titik leleh -114,22 °C dan titik didih sebesar 85 °C, sangat larut dalam air dan menghasilkan larutan asam kuat serta terdissosiasi sempurna 100 % (Cotton and Wikinson, 1985).

Asam klorida di laboratorium dapat dihasilkan dari reaksi garam natrium klorida dengan asam posfat menurut reaksi sebagai berikut :



Atau reaksi antara garam natrium klorida dengan asam sulfat menurut reaksi sebagai berikut :



## 2.8 Metoda Kaustik Soda

Metoda ini disebut juga metoda kapur susu-soda abu, karena pada tahapan reaksinya dihasilkan kapur susu yaitu kalsium hidroksida Ca(OH)<sub>2</sub> dan dikarbonasi menggunakan garam Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Sebagai bahan bakunya adalah batu gamping yang

memiliki kualitas tinggi, kadar CaO diatas 54 %,  $\text{SiO}_2 < 0,2 \%$  ,  $\text{MgO} < 0,3 \%$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 < 0,2 \%$  . (Azis dan Nuryadi, 1996). Tahapan-tahapan reaksi pembuatan PCC dengan metoda ini sebagai berikut :

### 1. Proses Kalsinasi

Proses ini merupakan proses pemanasan batu kapur untuk membebaskan  $\text{CO}_2$  sehingga menghasilkan CaO. Secara sederhana terbentuknya oksida kalsium ditandai oleh penurunan kehilangan berat yang konstan setelah pembakaran (Potgieter et al., 2003). Reaksi yang terjadi pada proses ini sebagai berikut :



Proses kalsinasi batu kapur dipengaruhi oleh dua faktor yaitu suhu pembakaran dan ukuran partikel. Proses pemanasan sangat mempengaruhi komposisi kapur tohor, karena proses pemanasan ini akan membentuk oksida-oksida logam. Pada pemanasan batu kapur, suhu yang digunakan adalah  $900^\circ\text{C}$  karena pada suhu tersebut merupakan suhu optimum, artinya oksida kalsium yang dihasilkan optimum pada suhu tersebut dan massa kalsium oksida akan tetap konstan walaupun suhunya diperbesar (Gheevahese et al., 2002).

Jika pembuatan oksida kalsium tidak sempurna, maka akan mempengaruhi proses pelarutan oksida kalsium, karena kalsium karbonat tidak larut dalam air sehingga sedikit jumlah ion kalsium dalam larutan. Oleh karena itu pemanasan batu kapur diharapkan mampu membentuk oksida kalsium sehingga pada proses pelarutan diharapkan semua oksida kalsium larut dan terion sempurna dalam larutan atau air.



## 2. Proses Hidrasi

Dalam proses ini dilakukan penambahan air pada kalsium oksida sehingga terbentuk larutan kapur susu atau larutan kalsium hidroksida  $\text{Ca(OH)}_{2(\text{aq})}$ . Proses hidrasi ini disebut juga dengan pelarutan kapur tohor, menurut Ahn et al untuk membuat larutan kalsium dengan tingkat kejenuhan yang tinggi (*high supersaturation*), dapat dilakukan dengan menambahkan asam seperti asam nitrat, asam klorida pada susu kalsium hidroksida. Reaksi yang terjadi pada tahapan ini adalah :



Deposit kalsium karbonat pada umumnya tidak murni, banyak mengandung unsur-unsur lain seperti aluminium, magnesium, besi, dan logam lainnya yang berpengaruh terhadap kualitas hidrat yang dihasilkan. Masalah pokok pada kalsinasi adalah terbentuknya partikel  $\text{CaO}$  yang keras, dimana pada bagian luar partikel terbentuk lapisan keras sehingga sulit untuk air sulit masuk ke bagian dalam partikel. Proses hidrasi ini dapat dilakukan jika lapisan tersebut pecah. Hal ini dapat dilakukan melalui pengadukan yang cepat dan waktu retensi yang cukup.

## 3. Proses Pengendapan kalsium karbonat

Pada proses ini terjadi pengendapan kalsium karbonat (PCC) dari reaksi antara kapur susu atau larutan kalsium hidroksida dengan larutan natrium karbonat :



Setelah terbentuk suspensi PCC dilakukan proses filtrasi yaitu pemisahan endapan dari larutan dengan cara penyaringan dan kemudian dikeringkan. (Azis dan Nuryadi, 1996).



Pada saat ini sudah banyak dilakukan penelitian yang menunjukkan bahwa PCC tidak hanya dapat dibuat dari kapur susu saja tetapi juga dapat disintesis dari reaksi garam kalsium klorida dengan natrium karbonat (Kawano et al., 2002) :



atau reaksi antara kalsium klorida dengan magnesium karbonat (Deng and Zhu, 2004) :



atau reaksi antara kalsium asetat dengan natrium karbonat (Rui-Juan and Ying-Jie Zhu, 2006) :



Pembuatan PCC melibatkan berbagai proses dan reaksi kimia seperti proses kalsinasi, hidrasi dan karbonasi atau proses larutan. Kondisi masing-masing proses seperti temperature, pH dan konsentrasi larutan serta kecepatan alir gas atau pereaksi perlu diatur untuk mendapatkan PCC kualitas tinggi sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan (Jamarun et al., 2005).

## 2.9 Metoda Analisis

### 2.9.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Tujuan digunakannya analisa XRD adalah untuk mengetahui susunan atom-atom dalam suatu material kristalin, sehingga akan diketahui struktur, orientasi dan ukuran kristal. Dan dari analisis ini akan diketahui sifat fisika dari suatu material padat seperti polimer, keramik dan logam (Suardia, 1993). Jika berkas elektron sinar x dijatuhkan pada suatu sampel (kristal) maka akan terjadi hamburan sinar, hamburan sinar ini akan didifraksikan pada sudut tertentu ( $\theta$ ) sehingga bisa

diketahui panjang gelombang sinar x ( $\lambda$ ) dan jarak antar yang berdekatan (d). Setelah diketahui tiga variabel diatas maka detektor akan mempolakan pada plat film. Dari pola inilah dapat ditentukan bentuk kristal suatu material (Skoog, 1985)

### **2.9.2 X-Ray Fluorecence (XRF)**

Tujuan digunakannya analisis ini untuk menganalisis bermacam-macam unsur secara kuantitatif dan kualitatif, XRF merupakan metode nondestruktif yang saat ini banyak digunakan secara luas. Metode ini banyak digunakan karena preparasi sampel yang mudah kemampuannya untuk memdeteksi dan menganalisa unsur-unsur dengan nomor atom yang sama dengan atau lebih besar dari atom Alumunium, tetapi tidak dapat digunakan untuk analisis unsur-unsur dengan nomor atom yang ringan seperti hidrogen, helium dan berilium (Skoog, 1985).

Prinsip XRF didasarkan pada efek fotolistrik, ketika atom diradiasi dengan foton berenergi tinggi maka elektron dari kulit dalam akan terlempar keluar. Tempat yang kosong akan diisi oleh elektron lain yang berada pada kulit lebih luar disertai dengan pelepasan energi. Radiasi ini dikenal dengan radiasi flouresensi dimana masing-masing unsur mempunyai karakteristik emisi tersendiri (Sibilia , 1996).

### **2.9.3 Mikroskop Optis**

Penggunaan mikroskop optis untuk melihat gambaran material melalui perbesaran dengan menggunakan cahaya tampak. Sampel yang akan dikarakterisasi dapat berupa cairan atau padatan. Pada mikroskop optis, informasi diperoleh melaui cahaya yang diterima atau dipantulkan oleh material. Komponen-komponen yang



menyusun sistem peralatan ini adalah : sumber cahaya, kondensor, sistem lensa dan lensa mata. Kemampuan mikroskop jenis ini untuk menghasilkan perbesaran terhadap gambar dari sampel berkisar antara 10 kali sampai dengan 1500 kali dengan batas resolusi sekitar 0,2 mikron (Sibilia, 1996). Kegunaan mikroskop optis antara lain :

1. Dapat digunakan untuk pengujian lapisan-lapisan polimer, fiber, foam, cairan, bubuk dan emulsi.
2. Dapat menghasilkan gambaran sampel perbesaran 10 kali sampai dengan 1500 kali.
3. Dapat mengamati sampel yang diberi perlakuan termal melalui penggunaan program yang dihubungkan dengan pemanasan atau pendinginan terhadap sampel pada temperatur antara 20 °C sampai 400 °C.

Adapun kekurangan mikroskop optis yaitu : ketebalan sampel harus lebih kecil dari 5 mikron, jika melebihi dari 5 mikron maka sinar yang ditransmisikan akan diserap oleh sampel sehingga menurunkan kualitas gambar yang dihasilkan. Sampel yang diamati juga harus stabil, karena perubahan bentuk sampel yang terlalu cepat akan menjadi masalah serius bagi karakteristik dengan mikroskop ini.

#### **2.9.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)** (Sibilia, 1996)

SEM digunakan untuk menganalisa dan mempelajari topografi permukaan sampel dalam bentuk padat. Sampel padat yang analisa bersifat penghantar listrik (konduktor), jika bersifat isolator maka harus dilapisi dengan material penghantar listrik. SEM banyak digunakan untuk menganalisa material keramik, polimer, alloy dan komposit. Alat ini memiliki resolusi yang tinggi dengan perbesaran 180.000



kali. Analisa sampel dilakukan dengan melewati seberkas elektron melalui kolom, kemudian difokuskan dengan lensa magnetik menuju permukaan sampel. Permukaan sampel tersebut akan menangkap berkas sinar elektron dan mengemisikannya. Kemudian detektor akan menterjemahkan pola emisi dan hasilnya tergambar pada layar komputer. Permukaan sampel yang dituju merupakan titik atau noda kecil berdiameter  $500 - 100 \text{ \AA}$ .



### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan tempat penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Juni 2007 sampai April 2008 di laboratorium Kimia Anorganik jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang dan PT.Semen Padang. Untuk karakterisasi produk yang dihasilkan dilakukan di fakultas Pertanian UNAND Padang, PT.Semen Padang dan BATAN Tangerang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan adalah : peralatan gelas seperti : gelas kimia, labu erlenmeyer, tabung reaksi, termometer, hot plate stirer, magnetik stirer, neraca analitis, kertas saring, pompa vakum, pH meter, XRF, XRD, foto optis dan SEM. Sedangkan bahan yang digunakan adalah : Batu kapur yang diambil dari salah satu daerah penghasil batu kapur di Sumatera Barat,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , HCl pekat, etanol dan aquabides.

#### **3.3 Prosedur Kerja**

##### **3.3.1 Proses Perlakuan awal**

Batu kapur yang digunakan sebagai sampel pada penelitian ini, diambil dari Bukit Tui kota Padang Panjang. Setelah dilakukan analisis awal kandungan Kimia pada sampel tersebut dengan menggunakan XRF. Proses berikutnya setelah sampel dikalsinasi dengan suhu sekitar  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam. Setelah itu digiling sampai ukurannya menjadi sekitar  $90\text{ }\mu\text{m}$  kemudian dimasukkan ke dalam desikator.

### 3.3.2 Proses pelarutan Kalsium Oksida ( CaO )

#### 3.3.2.1 Proses pelarutan Kalsium Oksida ( CaO ) dengan aquabides

Proses pelarutan Kalsium oksida ini diambil produk hasil kalsinasi sebanyak 2,8 g kemudian ditambahkan aquabides sampai volumenya menjadi 100 mL, setelah itu campuran diaduk selama 15 menit pada suhu  $30 \pm 3$  °C dengan kecepatan 700 rpm, kemudian disaring.

#### 3.3.2.2 Proses pelarutan Kalsium Oksida ( CaO ) dengan variasi konsentrasi HCl

Dalam proses pelarutan Kalsium oksida ini diambil produk hasil kalsinasi sebanyak 2,8 g kemudian ditambahkan larutan HCl dengan konsentrasi yang bervariasi 0,25 M ; 0,50 M ; 1,00 M ; 1,50 M dan 2,00 M sebanyak 100 mL, setelah itu campuran diaduk selama 15 menit pada suhu  $30 \pm 3$  °C dengan kecepatan 700 rpm, kemudian disaring.

### 3.3.3 Variasi Konsentrasi HCl

Filtrat yang dihasilkan pada perlakuan 3.3.2.2 masing-masing sebanyak 100 mL direaksikan dengan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1,5 M sebanyak 50 mL sambil diaduk dengan *magnetic stirer* pada kecepatan 700 rpm. Reaksi dilakukan pada suhu  $30 \pm 3$  °C, suspensi yang terbentuk didiamkan sampai endapan dan larutan tampak terpisah, kira-kira selama 20 menit.



### 3.3.4 Variasi suhu

Filtrat yang dihasilkan pada perlakuan 3.3.2.1 dan filtrat hasil pelarutan CaO dengan larutan HCl 0,75 M masing-masing sebanyak 100 mL direaksikan dengan larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1,5 M sebanyak 50 mL sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada kecepatan 700 rpm. Reaksi dilakukan pada suhu yang bervariasi yaitu :  $30 \pm 3$  °C;  $50 \pm 3$  °C;  $70 \pm 3$  °C dan  $90 \pm 3$  °C. Suspensi yang terbentuk didiamkan sampai endapan dan larutan tampak terpisah, kira-kira selama 20 menit.

### 3.3.5 Penyaringan dan pencucian produk

Kalsium karbonat yang berbentuk suspensi kemudian disaring dan dicuci dengan aquabides dan etanol. Endapan dikeringkan dalam oven dengan suhu  $90 \pm 3$  °C selama 1 jam, lalu ditimbang dan dipersiapkan untuk dianalisis.

### 3.3.6 Karakterisasi PCC

PCC yang dihasilkan dianalisis dengan XRD untuk mengetahui bentuk kristal yang dihasilkan, serta untuk mengetahui komposisi kimia PCC yang dihasilkan digunakan XRF sedangkan untuk melihat lebih jelas morfologi kristal dan ukuran kristal dilakukan analisis dengan SEM.

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Komposisi Kimia Batu Kapur

Batu kapur yang dianalisis pada penelitian ini diambil dari daerah Bukit Tui kota Padang Panjang Sumatera Barat. Komposisi Kimia masing-masing sampel dianalisis dengan XRF ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Kimia batu kapur

No	Senyawa	Batu kapur	Batu kapur
		Padang Panjang (%)	Halaban (%)
1	Kalsium oksida, CaO	54,19	54,75
2	Besi (III) oksida, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,20	0,11
3	Magnesium oksida, MgO	0,46	0,90
4	Silikon (IV) oksida, SiO <sub>2</sub>	1,03	0,11
5	Alumunium oksida, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,39	0,17
6	LOI*	43,10	44,02

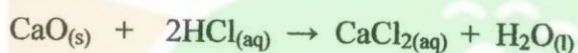
\*LOI=Loss On Ignition

Hasil analisis XRF menunjukkan kandungan CaO dalam sampel Padang Panjang yaitu, 54,19 %, sedangkan pada batu kapur Halaban adalah : 54,75 %. Oleh karena itu batu kapur Halaban dijadikan sebagai pembanding atau standar dalam penelitian ini. Dengan kandungan CaO sebesar itu, sampel batu kapur tersebut termasuk jenis batu kapur yang berkualitas tinggi karena kandungan CaO nya lebih dari 54 %, sehingga dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan PCC (Azis, 1997). Pada sampel batu kapur yang digunakan persentase oksida yang terbesar adalah kalsium oksida, yaitu 54,19 % dan yang terkecil adalah : Besi (III)

oksida, yaitu 0,20 %. Hasil konversi kandungan CaO dalam sampel berdasarkan kandungan oksida logam saja tanpa gas karbondioksida adalah : 96,33 %.

#### 4.2. Pengaruh konsentrasi larutan asam klorida terhadap rendemen PCC

Tahap awal penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi HCl pada saat pelarutan CaO dengan larutan asam klorida, dengan berat CaO yang konstan yaitu 2,80 gram. Pada proses pelarutan CaO dalam larutan asam klorida terjadi reaksi sebagai berikut :

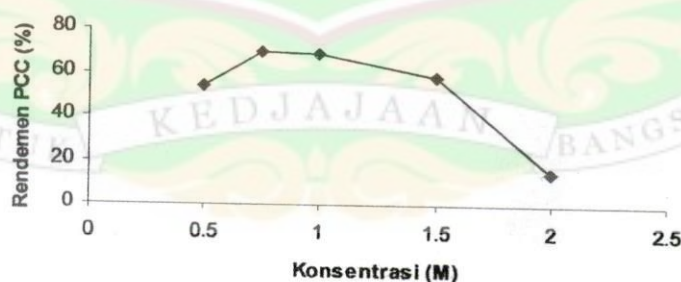


Kemudian larutan kalsium klorida direaksikan dengan larutan natrium karbonat sehingga terjadi pengendapan kalsium karbonat (PCC) menurut reaksi :



Hal itu dilakukan untuk mendapatkan konsentrasi HCl optimum, yaitu konsentrasi HCl dengan rendemen PCC yang dihasilkan terbesar.

Pengaruh konsentrasi HCl terhadap rendemen PCC yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 1 di bawah ini :



Gambar 1. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap rendemen PCC (%)

Gambar 1 tersebut memperlihatkan pengaruh konsentrasi HCl terhadap rendemen yang dihasilkan, besar rendemen PCC pada konsentrasi HCl 0,5 M adalah 53,63 %.



Pada saat konsentrasi HCl dinaikkan menjadi 0,75 M, rendemen PCC semakin bertambah menjadi 69,77 % dan ketika konsentrasi dinaikkan kembali rendemen PCC kembali turun sampai menjadi 14,89 % pada konsentrasi 2,00 M. Sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa pada konsentrasi HCl 0,75 M dihasilkan rendemen PCC paling tinggi yaitu 3,36 g atau 69,71 %, dan konsentrasi optimum larutan HCl adalah 0,75 M. Pada reaksi pembentukan PCC jumlah mol CaO sebanding dengan mol  $\text{CaCO}_3$  dan persentase CaO di dalam sampel 96,33 %.

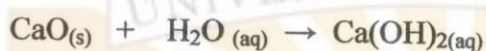
Pada konsentrasi HCl 0,75 M, berat PCC yang dihasilkan adalah 3,360 gram, hal ini disebabkan jumlah mol HCl yang terbatas untuk dapat melarutkan semua ion kalsium, serta adanya pengotor pada saat CaO dilarutkan dalam larutan asam klorida. Kemudian pada konsentrasi HCl lebih besar dari 0,75 M massa rendemen PCC menurun, hal ini disebabkan jumlah mol HCl sama dengan mol CaO dan bahkan mol HCl tersebut menjadi berlebih. Pada konsentrasi HCl diatas 0,75 M menyebabkan pH larutan semakin kecil, sehingga jumlah ion  $\text{CO}_3^{2-}$  yang larut juga semakin sedikit dan rendemen PCC yang terbentuk juga semakin kecil.

Yulfitrin (2007) melaporkan bahwa semakin besar konsentrasi asam kuat yang digunakan pada proses hidrasi, maka kelarutan CaO semakin besar. Hal itu menyebabkan jumlah ion kalsium semakin banyak dan rendemen PCC yang dihasilkan juga semakin besar, sampai pada konsentrasi optimumnya. PCC yang diperoleh ada yang berwarna putih dan berwarna putih kekuning-kuningan. Pada Kalsium karbonat atau PCC berwarna putih, dan dapat berwarna lain bergantung pada pengotor yang terdapat pada PCC tersebut (Azis, 1997). Menurut Brady dan Holum (1992) oksida logam bereaksi dengan larutan asam, maka pada PCC yang

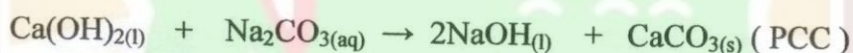
berwarna putih kekuning-kuningan, kemungkinan mengandung pengotor yang terlarut pada saat reaksi CaO dengan HCl yang berlebih.

#### 4.3. Persentase rendemen PCC tanpa pelarut HCl

Tahap awal proses pembentukan PCC dengan menggunakan aquabides, terjadi proses pelarutan kalsium oksida oleh aquabides menurut reaksi :



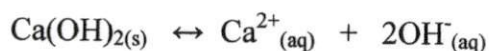
Dan dilanjutkan dengan tahap berikutnya, mereaksikan kapur susu atau larutan kalsium hidroksida dengan larutan natrium karbonat, reaksi yang terjadi pada tahap ini adalah :



Dari perhitungan diperoleh massa  $\text{CaCO}_3$  (PCC) teoritis : 4,816 g, maka rendemen PCC pada suhu optimum = 9,28 %. Dalam proses pembentukan PCC tanpa menggunakan pelarut HCl atau menggunakan aquabides saja, besar rendemen berkisar 6,78 % - 9,28 %. Hubungan rendemen PCC dengan menggunakan aquabides terhadap variasi suhu dapat dilihat dalam Gambar 2.

Penambahan pelarut HCl dapat melarutkan CaO dalam jumlah yang lebih besar dibandingkan proses dengan menggunakan aquabides saja. Pada proses pembentukan PCC dengan menggunakan aquabides saja, menghasilkan rendemen PCC relatif rendah karena kelarutan  $\text{Ca(OH)}_2$  yang rendah dalam air. (  $K_{sp} \text{Ca(OH)}_2 = 7,9 \times 10^{-6}$  ) (Azis 1997). Pada proses pembentukan PCC dengan menggunakan pelarut HCl akan memperbesar kelarutan CaO sehingga jumlah mol ion  $\text{Ca}^{2+}$  dalam larutan bertambah, hal tersebut dapat dijelaskan dengan menggunakan konsep kesetimbangan (azas Le-Chatelier) sebagai berikut :

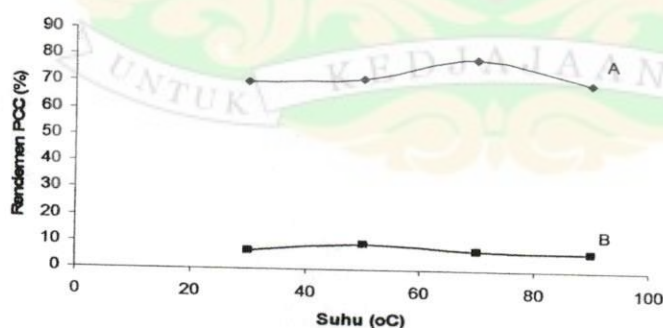




Jika kesetimbangan diatas diberi aksi yaitu pada proses hidrasi digunakan asam klorida (ditambahkan larutan yang mengandung ion  $\text{H}^+$ ), maka akan terjadi reaksi antara ion  $\text{H}^+$  dengan ion  $\text{OH}^-$  sehingga jumlah ion  $\text{OH}^-$  berkurang, hal ini menyebabkan kesetimbangan bergeser ke arah kanan atau ke arah ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan ion  $\text{OH}^-$ , artinya  $\text{CaO}$  semakin banyak yang larut. Dengan bertambahnya jumlah ion  $\text{Ca}^{2+}$  dalam larutan, maka pembentukan PCC pada proses yang menggunakan asam klorida dapat memperbesar rendemen PCC seperti terlihat dalam Gambar 2.

#### 4.4. Pengaruh suhu terhadap rendemen PCC

Berdasarkan teori hasil kali kelarutan, jika suhu semakin bertambah maka kelarutan garam akan semakin bertambah sampai pada suhu tertentu (suhu optimum), sehingga akan memperbesar rendemen PCC yang dihasilkan. Jika suhu semakin besar, maka akan memperbesar energi kinetik ion-ion dalam larutan, sehingga akan memperbanyak tumbukan efektif antara ion-ion akibatnya jumlah rendemen PCC semakin besar. Hubungan rendemen PCC terhadap variasi suhu dapat dilihat dalam Gambar 2 di bawah ini



Gambar 2. A. Pengaruh suhu terhadap rendemen PCC dengan menggunakan pelarut HCl dan B. Pengaruh suhu terhadap rendemen PCC dengan menggunakan aquabides.



Gambar 2.A diatas terlihat mula-mula rendemen PCC naik sampai pada suhu 50 °C, dengan jumlah rendemen optimum yaitu 0,447 g atau 9,28 %, kemudian rendemen PCC kembali turun. Hal tersebut disebabkan PCC yang sudah terbentuk larut kembali, artinya proses pembentukan PCC dengan menggunakan aquabides saja mempunyai suhu optimum 50 °C. Berdasarkan Gambar 2.B mula-mula rendemen PCC pada suhu 30 °C sebesar 70,18 %. Ketika suhu dinaikkan kembali, maka terjadi kenaikan rendemen sampai pada suhu 70 °C jumlah rendemen optimum yang dihasilkan sebesar 79,32 %, kemudian pada suhu diatas 70 °C rendemen PCC kembali turun.

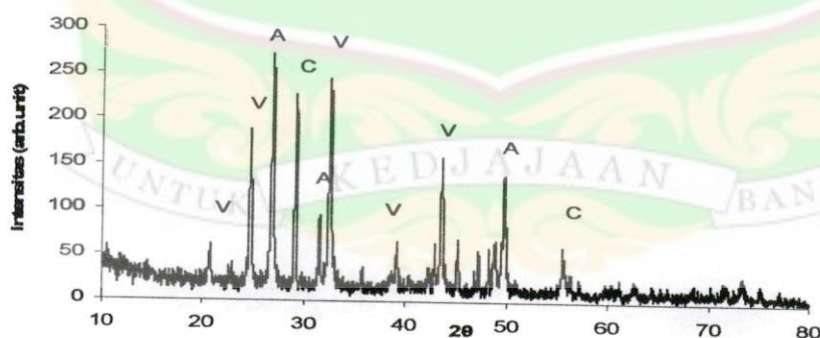
Dari Gambar 2.a dan 2.B juga dapat diambil kesimpulan, bahwa penggunaan larutan HCl pada proses hidrasi atau pada pelarutan CaO, akan memperbesar rendemen dari 6,79 - 9,28 % menjadi 57,79 - 79,25 %, karena jumlah ion  $\text{Ca}^{2+}$  yang semakin bertambah dalam larutan. Berdasarkan teori hasil kali kelarutan ( $K_{sp}$ ), jika suhu dinaikkan maka harga kelarutan ion  $\text{Ca}^{2+}$  juga semakin tinggi. Semakin tinggi suhu pada awalnya rendemen PCC juga semakin naik, sampai pada kondisi optimum yaitu pada suhu 70 °C dan rendemen kembali turun, karena PCC yang terbentuk larut kembali pada suhu di atas 70 °C.

Jika dibandingkan dengan pembentukan PCC yang menggunakan aquabides atau tanpa pelarut HCl, maka dapat kita lihat jumlah rendemen PCC jauh lebih rendah, dan suhu optimum pembentukan PCC yaitu pada suhu 50 °C. Sedangkan pembentukan PCC dengan menggunakan pelarut HCl mempunyai suhu optimum 70 °C. Secara umum dapat dicatat bahwa : perubahan suhu tidak terlalu berpengaruh secara signifikan terhadap rendemen, untuk pembentukan PCC dengan pelarut HCl perbedaan rendemen akibat perubahan suhu adalah : 7,81 % -

9,18 %, sedangkan pembentukan PCC tanpa pelarut HCl pengaruh perubahan suhu terhadap rendemen PCC sekitar : 1,9 % - 2,49 %. Sebagai pembandingan juga dapat dilihat dari data tabel 5, hasil rendemen PCC (batu kapur Halaban) adalah 65,82 % sampai dengan 81,87 %. Suhu optimum pada pembentukan PCC Halaban adalah 70 °C, perubahan suhu tidak terlalu berpengaruh secara signifikan terhadap rendemen PCC Halaban. Untuk pembentukan PCC Halaban dengan pelarut HCl perbedaan rendemen akibat perubahan suhu adalah : 6,31 % - 16,05 %.

#### 4.5 Hasil analisis XRD PCC dengan pelarut HCl pada konsentrasi 0,75 M

Pola XRD PCC sampel batu kapur yang berasal dari Padang Panjang terdiri 3 macam yaitu : 1. PCC yang menggunakan pelarut HCl dengan konsentrasi 2,00 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C, 2. PCC yang menggunakan pelarut HCl dengan konsentrasi 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C, 3. PCC yang menggunakan pelarut HCl dengan konsentrasi 0,75 M pada suhu  $70 \pm 3$  °C (suhu optimum). Ketiga pola XRD dari PCC di atas dapat dilihat pada Gambar 3 , 4 dan 5 berikut ini :



Gambar 3. Pola XRD PCC dengan menggunakan HCl 2,00 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C

Menurut Christos dan Nikos (1999) melaporkan bahwa : kristal  $\text{CaCO}_3$  terdiri dari tiga macam kristal polimorfis yaitu kalsit, vaterit dan aragonit. Masing-



masing bentuk kristal mempunyai sudut  $2\theta$  dan indeks miller yang berbeda-beda. Kalsit mempunyai indeks miller 104 dengan sudut  $2\theta = 29,5^\circ$ , Vaterit mempunyai indeks miller 110 dengan sudut  $2\theta = 25^\circ$  dan Aragonit mempunyai indeks miller 221 dengan sudut  $2\theta = 47^\circ$ .

Pola XRD pada Gambar 3, terlihat puncak difraksi maksimum pada sudut  $2\theta = 26,89^\circ$  dengan intensitas 100 %, diikuti dengan puncak lainnya dengan intensitas yang lebih rendah yaitu pada nilai sudut  $2\theta = 29,16; 24,75; 43,68; 31,5; 48,88; 39,19; 47,28$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa bentuk kristal yang dihasilkan dengan perlakuan HCl 2,00 M dan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1,5 M, pada suhu  $30 \pm 3^\circ\text{C}$  adalah vaterit yang bercampur dengan aragonit dan kalsit.

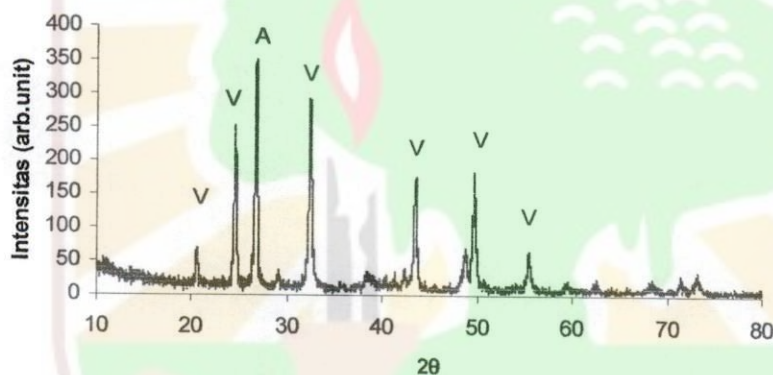
Komposisi presentase kristal sebagai berikut : persentase vaterit 45,83 %, persentase aragonit 24,75 % dan persentase kalsit 18,24 %, dengan ukuran kristalnya adalah : 28,43 nm. Adanya campuran kalsit dalam vaterit pada suhu  $30 \pm 3^\circ\text{C}$  dan perlakuan HCl 2,00 M, terjadi karena vaterit merupakan polimorfik yang kurang stabil dibandingkan polimorfik lainnya. Menurut Lopez et al. (1996), vaterit dapat berubah menjadi kalsit dengan mediasi pelarut, dan Rui-Juan et al. (2006) melaporkan bahwa vaterit sensitif terhadap waktu reaksi dan dapat berubah menjadi kalsit.

Menurut Ahn et al., (2005) tingkat kejenuhan larutan mempengaruhi bentuk kristal yang dihasilkan. Pada tingkat kejenuhan yang tinggi (konsentrasi ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{CO}_3^{2-}$  tinggi) dihasilkan kristal vaterit, tingkat kejenuhan sedang dihasilkan kalsit bercampur dengan aragonit dan pada tingkat kejenuhan rendah dihasilkan



kristal aragonit. Hal ini berkaitan dengan kecepatan nukleasi, pada konsentrasi ion-ion yang tinggi kecepatan nukleasi meningkat dan ukuran kritis inti menjadi kecil, dan ini menguntungkan bagi pertumbuhan kristal vaterit

Berdasarkan hal tersebut maka pada perlakuan HCl 2,00 M, mempunyai tingkat kejenuhan yang paling tinggi dibandingkan pada perlakuan HCl dengan konsentrasi dibawahnya. Semakin besar konsentrasi HCl maka semakin banyak ion kalsium yang larut, dan nukleasi terjadi lebih cepat dan dihasilkan kristal vaterit dengan jumlah persentasenya 45,83 %.

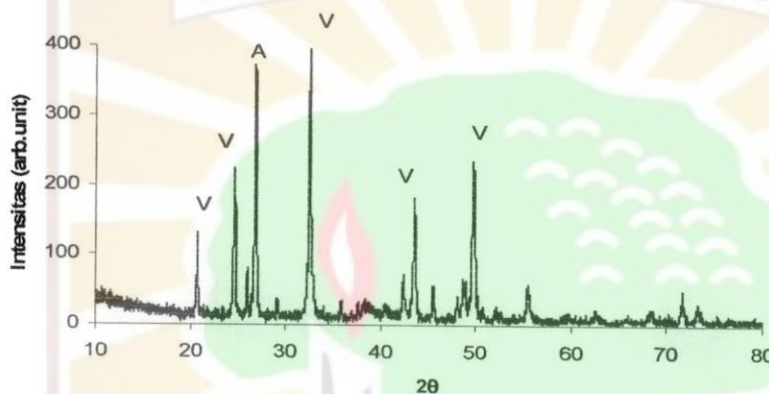


Gambar 4. Pola XRD PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C

Pola XRD pada Gambar 4, terlihat puncak difraksi maksimum pada sudut  $2\theta = 26,74^\circ$  dengan intensitas 100 %, diikuti dengan puncak lainnya dengan intensitas yang lebih rendah yaitu pada nilai sudut  $2\theta = 32,37; 24,54; 49,70; 43,59; 55,38; 20,55$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa bentuk kristal yang dihasilkan dengan perlakuan HCl 0,75 M, dan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1,5 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C adalah vaterit yang bercampur dengan aragonit. Komposisi presentase kristal sebagai

berikut : persentase aragonit 26,99 % dan persentase vaterit 73,01 % dengan ukuran kristalnya adalah : 28,06 nm.

Menurut Ahn et al., (2005) melaporkan bahwa pada tingkat kejenuhan yang rendah diperoleh kristal aragonit, maka berdasarkan hal tersebut pada perlakuan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C, dihasilkan kristal aragonit dengan persentase 26,99 % sedangkan vaterit 73,01 %.



Gambar 5. Pola XRD PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu  $70 \pm 3$  °C

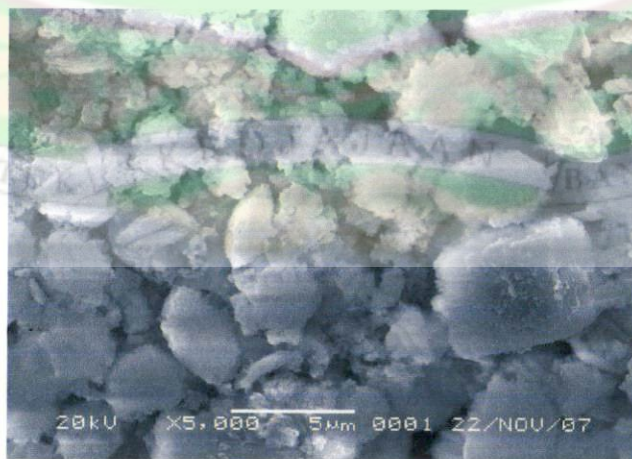
Pola XRD pada Gambar 5, terlihat puncak difraksi maksimum pada sudut  $2\theta = 32,56^\circ$  dengan intensitas 100 %, diikuti dengan puncak lainnya dengan intensitas yang lebih rendah yaitu pada nilai sudut  $2\theta = 26,86; 49,78; 24,68; 43,61; 20,74; 48,82; 25,99$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa bentuk kristal yang dihasilkan dengan perlakuan HCl 0,75 M, dan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1,5 M pada suhu  $70 \pm 3$  °C adalah vaterit yang masih bercampur dengan aragonit. Komposisi persentase kristal sebagai berikut : persentase aragonit 24,47 %, persentase vaterit 75,53 % dengan ukuran kristalnya adalah : 33,69 nm.



Dari pola XRD diatas dapat dilihat bahwa perbedaan bentuk kristal dan komposisi kristal tidak terlalu signifikan, yaitu pada perlakuan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C (suhu kamar) dihasilkan bentuk kristal vaterit bercampur dengan aragonit. Pada suhu  $70 \pm 3$  °C (suhu optimum) juga dihasilkan bentuk kristal vaterit bercampur dengan aragonit, dan perubahan komposisi kristal aragonit yaitu dari 26,99 % menjadi 24,47 %. Sedangkan perubahan komposisi vaterit berkisar 73,01 % menjadi 75,53 %.

#### 4.6 Hasil analisis SEM PCC dengan pelarut HCl pada konsentrasi 0,75 M

Azis, (1997) dan Ahn et al., (2005) melaporkan bahwa kristal PCC terbagi menjadi tiga macam yaitu, aragonit, kalsit dan vaterit. Aragonit mempunyai bentuk kristal *cluster* dan *discrete needle-like*, sedangkan vaterit mempunyai bentuk kristal kubus (*sphere*). Untuk kalsit mempunyai bentuk kristal rombohedral, kubus, *scalenohedral* dan prismatic. Hasil SEM PCC Padang panjang dengan menggunakan larutan HCl 0,75 M sebagai pelarut pada suhu  $30 \pm 3$  °C ditunjukkan pada Gambar 6 berikut :



Gambar 6. SEM PCC dengan menggunakan pelarut HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C



Hasil pengukuran SEM pada Gambar 6, menunjukkan bahwa bentuk kristal tidak homogen pada suhu kamar ( $30 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ) yaitu bentuk kristalnya dominan vaterit yang mempunyai bentuk partikel bulat (*sphere*) dengan ukuran partikel  $3,7 \text{ }\mu\text{m}$ . Sedangkan hasil SEM PCC Padang panjang dengan larutan HCl  $0,75 \text{ M}$  pada suhu  $70 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$  ditunjukkan oleh Gambar 7 adalah vaterit yang mempunyai bentuk partikel bulat (*sphere*) dengan ukuran partikel  $3,2 \text{ }\mu\text{m}$ , bercampur dengan aragonit dengan bentuk partikelnya seperti jarum (*discrete needle like*) dengan ukuran  $3,0 \text{ }\mu\text{m}$ .



Gambar 7. SEM PCC dengan menggunakan pelarut HCl  $0,75 \text{ M}$  pada suhu  $70 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Menurut Ahn et al., (2005) semakin tinggi suhu maka energi kinetik partikel semakin besar dan gerakan partikel lebih cepat sehingga terjadi vibrasi termal pada partikel PCC yang terbentuk, hal ini menyebabkan PCC yang terbentuk menjadi lebih panjang seperti jarum yang merupakan bentuk partikel dari aragonit. Hal tersebut sesuai dengan hasil analisis SEM yaitu pada perlakuan HCl  $0,75 \text{ M}$  dan suhu  $70 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$  diperoleh campuran partikel bulat (*sphere*) yang

merupakan bentuk partikel dari vaterit dan partikel seperti jarum (*discrete needle like*) yang merupakan bentuk dari partikel aragonit. Yulfitrin (2007) melaporkan hasil analisis PCC dengan SEM, pada pembentukan PCC dengan metoda kaustik soda dengan menggunakan pelarut asam nitrat, dihasilkan vaterit dengan bentuk partikelnya bulat (*sphere*).



## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan pada sampel batu kapur bukit Tui Padang Panjang dapat disimpulkan bahwa pembuatan PCC dengan metode kaustik soda dengan menggunakan pelarut HCl dan variasi suhu diperoleh kesimpulan sebagai berikut : 1. Penggunaan pelarut HCl dan variasi suhu dalam pembentukan PCC dapat meningkatkan rendemen PCC yang dihasilkan.

Rendemen terbesar didapat pada konsentrasi HCl 0,75 M pada suhu  $70 \pm 3$  °C yaitu sebesar 79,32 % sedangkan pada suhu  $30 \pm 3$  °C (suhu kamar) diperoleh rendemen sebesar 70,18 %. 2. Bentuk kristal pada perlakuan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C (suhu kamar) adalah vaterit dengan persentase 73,01 % dan bercampur aragonit dengan persentase 26,99 %, sedangkan pada suhu  $70 \pm 3$  °C (suhu optimum) bentuk kristal adalah vaterit dengan persentase 75,53 % bercampur aragonit dengan persentase 24,47 %. 3.

Hasil SEM menunjukkan bentuk partikel yang diperoleh pada perlakuan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C bentuk partikel bulat (sphere) yang merupakan bentuk vaterit dengan ukuran 3,7  $\mu\text{m}$ . Sedangkan perlakuan konsentrasi HCl 0,75 M dan suhu  $70 \pm 3$  °C adalah bulat ( sphere ) yang merupakan bentuk vaterit dengan ukuran 3,2  $\mu\text{m}$ ,serta berbentuk jarum yang merupakan bentuk dari aragonit dengan ukuran 3,0  $\mu\text{m}$ .



## 5.2 Saran

Untuk penelitian lebih lanjut disarankan agar menggunakan variasi asam anorganik yang lain agar diperoleh rendemen PCC yang lebih besar dan bentuk kristal yang lebih homogen.



## DAFTAR PUSTAKA

- Ahn, J. W., H.S. Kim, S.H. Yoon, J.S. Kim and G.W. 2002. Manufacture of aragonite Precipitated Calcium Carbonate by a Carbonation Process Using Dust from a stainless Refining sludge Plant in POSCO, J. Ceramic Processing Research, vol.3 No.2, pp.62-63.
- Ahn, J.W., J.H. Kim, H.S. Park, J.A. Kim, C. Han, and H. Kim. 2005. Synthesis Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate in  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ - $\text{Na}_2\text{CO}_3$ - $\text{NaOH}$  Reaction System. J. Chem. Eng., 22(6), 852-856.
- Azis, M. 1997. Kalsium karbonat, karakteristik serta penggunaannya dalam industri. Makalah Teknik No 3 tahun 6.
- Azis, M., dan Nuryadi, S. 1996. " Pilot Plant pembuatan kalsium karbonat presipitat "(PCC) dari batu gamping " Prosiding Kolokium Pengolahan Mineral untuk Industri Indonesia.
- Bowles, O, 1965. Limestone and Dolomite, Bureau of Mines, L.C. California, pp 252.
- Brady, J.E and Holum. 1992. Chemistry The Study of Matter and its changes. John Wiley & Sons. New York.
- Bush J.G. Determinative Mineralogy and Blow and Blow Pipe Analysis. 1998 John Wiley & Sons, Inc, Chapman and Hall, pp.289.
- Cotton and Wilkinson. 1985. Kimia Anorganik Dasar. UI Press, Jakarta, hal 200-201.
- Christos, G. K, and N.V. Vengas. 2002. Calcium Carbonate Phase Analysis Using XRD and FT. Raman Spectroscopy, The Royal Society Chemistry, 269-274.
- Dinas Pertambangan, 2006. Potensi Bahan Galian Sumatera Barat.
- Departemen Perindustrian dan Perdagangan, 2003. Penelitian Pembuatan  $\text{CaCO}_3$  dari Bahan Batu Kapur Sebagai Pemutih untuk Gula, Kertas dan Bahan baku Cat.
- Deng, Y., and Z. Zhu. 2004. Synthesis of Needle-like Aragonite from Calcium Chloride and Sparingly Soluble Magnesium Carbonate. Powder Technology, vol 140, no 1-2. 10-16.



- Ghevarhese, O., CA Strydom., JH Potgieter and SS Potgieter. 2002. The Influence of Chloride and Sulphate Ions on the Slaking Rate of Lime Derived From Different Limestone Deposit in South Africa. *Water SA*, Vol. 28. No. 1
- Jamarun, N., Rahmadanis, S. Arief. 2005. Pengaruh Temperatur Karbonasi pada pembentukan PCC. *J. Kimia Andalas*, 11 : (1).
- Kawano, J., N. Shimobaytshi, M. Kitamura, S. Keiji, and Aikawa. 2002. Formation Process of Calcium Carbonate From Highly Supersaturated Solution. *Journal of Crystal Growth*, vol. 237-39(1), 419-423.
- Lopez., M. A., G. Morales and R. Clemente, R. (1996) *J Cryst Growth*.166,1015.
- Potgieter, J. H, SS Potgieter, D de Wall. 2003. An Empirical Study of Factors Influencing Lime Slaking Part II : Lime Constituents and Water Composition. *Water SA*, vol. 29 No. 2.
- Oates, T .1990. Lime and Limestone, in *Ullman Encyclopedia Of Industrial Chemistry* (ed.Barbara Elvers,et al),Vol. A.15, Germany,pp.247-261.
- Rui-Juan, Q and Ying-Jie Zhu. 2006. Microwave Assisted Synthesis of Calcium (Vaterite) of Various Morphologies in Water-Ethylene Glycol Mixed Solvents. *J. Phys.Chem B*, 110.8392-8306.
- Suardia , N, M. 1993. Ikatan dan struktur molekul. Depdikbud.
- Skoog, D. A. 1985. Principles of Instrumental Analysis. 3<sup>rd</sup> ed. Soanders Collage Publishing, USA.
- Sibilia,J. P. 1996. A Guide to Materials Characterization and Chemical Analysis. Second Edition, Mc Graw-Hill, USA.
- Theme, C. 1993. Sodium Carbonate, *Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry* (ed. Barbara Elvers, et al) vol. A. 15, Germany
- Ted, L and J. Renshaw, 1995, *Understanding Chemistry* Second Edition. Stanley Thornes Publishers Ltd, England.
- Vogel, 1997. *Text Book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*. Logman group Limited, London.
- Yulfitri, 2007. Tesis , Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari batu kapur dengan metoda kaustik soda modifikasi, Padang

## Lampiran 1. Data Komposisi Bahan Baku Batu Kapur Berdasarkan Pengukuran XRF

**Tabel 2.** Data Komposisi Bahan Baku Batu Kapur Berdasarkan Pengukuran XRF

t Report		Report:	StdMaterial	From:	07/13/07									
		Package:	LSANAL	To:	07/13/07 12:14:56 PM									
		Type:	STD	First:	386620									
		Description:	Lime Stone Analisis	Last:	386740									
#	Id	SiO2	Al2O3	Fe2O3	CaO	MgO	K2O	SUM1	LOI	Sieve50	Sieve40	Sieve25	H2O	Comment
27	386733	1.03	0.39	0.20	54.19	0.46		99.37	43.10					
28	386734	0.11	0.17	0.11	54.75	0.90		100.06	44.02					
29	386735	0.07	0.05	0.05	55.39	0.30		99.75	43.86					
30	386736	1.01	0.41	0.18	55.69	0.51		102.14	44.33					
34	386737	0.17	0.21	0.12	55.83	0.99		102.28	44.96					
35	386738	0.00	0.12	0.09	55.96	0.33		100.84	44.34					
37	386739	0.17	0.16	0.06	55.93	0.59		101.72	44.71					
39	386740	0.00	0.34	0.19	55.84	0.55		102.96	44.83					
		0	8	8	6	2	0	8	8	0	0	0	0	
		0.44	0.23	0.13	55.45	0.63		101.14	44.27					
		0.07	0.05	0.05	54.19	0.30		99.37	43.10					
		1.02	0.41	0.20	55.96	0.99		102.96	44.96					
		0.46	0.13	0.05	0.65	0.27		1.32	0.61					
		120.11	57.66	45.31	1.17	42.43		1.31	1.38					

Keterangan daerah sumber batu kapur :

1. Batu kapur mentah Padang Panjang
2. Batu kapur mentah Halaban
3. Batu kapur mentah Sijunjung
4. Batu kapur kalsinasi Padang Panjang
5. Batu kapur kalsinasi Halaban
6. Batu kapur kalsinasi Sijunjung
7. Batu kapur bakar alami Padang Panjang
8. Batu kapur bakar alami Halaban



**Lampiran 2.** Rendemen PCC (%) variasi konsentrasi HCl pada suhu  $30 \pm 3^\circ\text{C}$ **Tabel 3.** Rendemen PCC (%) variasi konsentrasi HCl pada suhu  $30 \pm 3^\circ\text{C}$ 

No	[HCl] M	Berat PCC (g)	Rendemen PCC (%)
1	0,50	2,583	53,63
2	0,75	3,360	69,77
3	1,00	3,294	68,40
4	1,50	2,784	58,81
5	2,00	0,717	14,89

**Lampiran 3.** Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan konsentrasi HCl 0,75 M**Tabel 4.** Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan konsentrasi HCl 0,75 M

No	Suhu (°C)	Berat PCC (g)	Rendemen PCC (%)
1	30 ± 3	3,380	70,18
2	50 ± 3	3,444	71,51
3	70 ± 3	3,820	79,32
4	90 ± 3	3,378	70,14

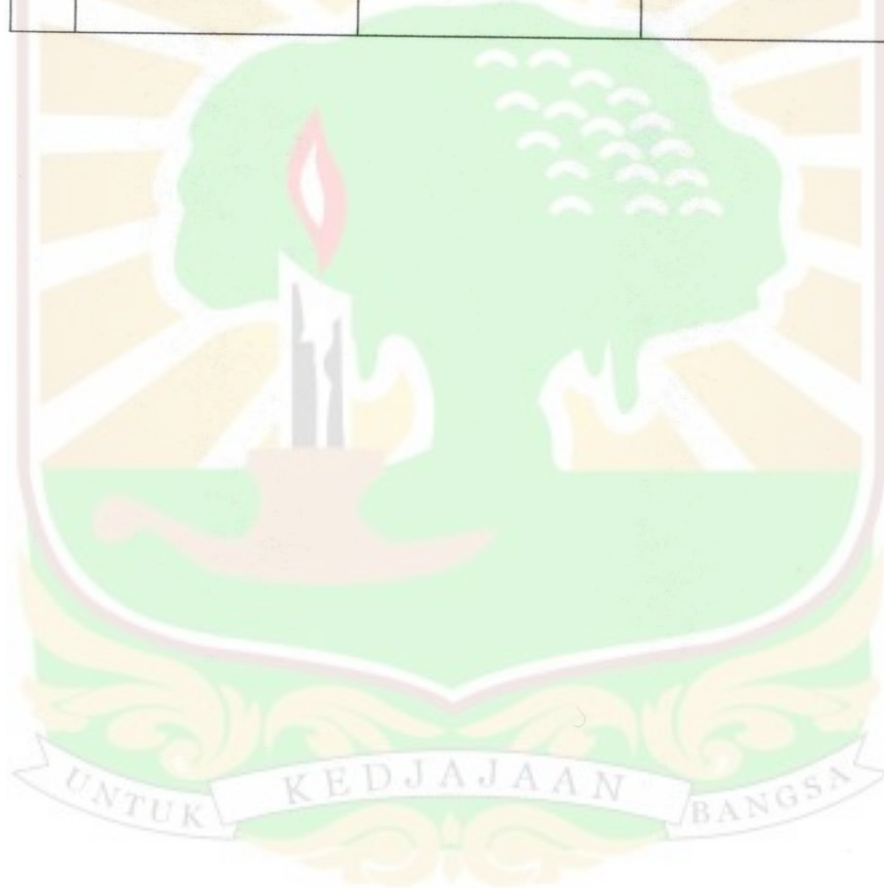




**Lampiran 4. Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan menggunakan aquabides**

**Tabel 5. Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan menggunakan aquabides**

No	Suhu (°C)	Berat PCC (g)	Rendemen PCC (%)
1	30 ± 3	0,327	6,79
2	50 ± 3	0,447	9,28
3	70 ± 3	0,355	7,37
4	90 ± 3	0,328	6,81



**Lampiran 5.** Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan menggunakan batu kapur Halaban

**Tabel 6.** Rendemen PCC (%) variasi suhu dengan menggunakan batu kapur Halaban

No	Suhu (°C)	Berat PCC (g)	Rendemen PCC (%)
1	30 ± 3	3,474	72,13
2	50 ± 3	3,170	65,82
3	70 ± 3	3,943	81,87
4	90 ± 3	3,495	72,57



**Lampiran 6. Perhitungan Nilai Rendemen PCC**

Perhitungan nilai rendemen PCC :

Batu kapur hasil kalsinasi (oksida) : 2,80 g

Persentase CaO (Padang Panjang) : 96,33 %

PCC yang didapatkan : 3,36 g

Massa molekul relatif (Mr)  $\text{CaCO}_3$  : 100

Mol CaO  $\propto$  mol  $\text{CaCO}_3$

Bobot  $\text{CaCO}_3$  teoritis =  $\frac{\text{massa batu kapur kalsinasi} \times \% \text{ CaO}}{\text{Mr CaO}} \times \text{Mr CaCO}_3$

$$= \frac{2,80 \text{ g} \times 96,33 \% \times 100}{56}$$

$$= 4,82 \text{ g}$$

Persentase rendemen PCC =  $\frac{\text{Bobot PCC percobaan}}{\text{Bobot PCC teoritis}} \times 100 \%$

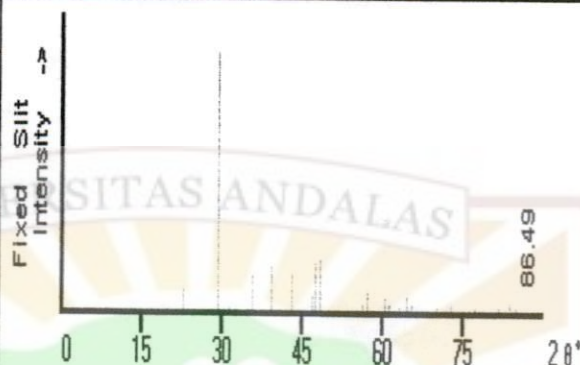
$$= \frac{3,36 \text{ g}}{4,82} \times 100 \%$$

$$= 69,77 \%$$



# Lampiran 7. Spektrum Standar PCC Kalsit

83-0578	Quality: C	Ca(CO <sub>3</sub> )
CAS Number:		Calcium Carbonate
Molecular Weight: 100.09		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Volume[CD]: 367.54		Ref: Warchow, R., Z. Kristallogr., 186, 300 (1989)
Dx: 2.713 Dm:		
S.G.: R <sub>3</sub> c (167)		
Cell Parameters:		
a 4.988 b c 17.05		
$\alpha$ $\beta$ $\gamma$		
W/cor: 3.21		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-spr: calculated		
ICSD #: 079674		
Mineral Name:		
Calcite		



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
23.060	99	0	1	2	58.107	11	1	0	10	76.287	11	2	2	0
29.410	999	1	0	4	60.682	51	2	1	4	77.196	19	1	1	12
31.451	19	0	0	6	61.020	23	2	0	8	78.444	1	2	2	3
35.976	139	1	1	0	61.398	24	1	1	9	80.248	1	1	3	1
39.418	175	1	1	3	63.068	19	1	2	5	80.958	5	3	1	2
43.167	149	2	0	2	64.673	57	3	0	0	81.555	21	2	1	10
47.126	64	0	2	4	65.647	31	0	0	12	82.151	3	0	1	14
47.527	185	0	1	8	69.207	10	2	1	7	83.790	39	1	3	4
48.520	194	1	1	6	70.269	18	0	2	10	84.828	17	2	2	6
56.574	30	2	1	1	72.916	26	1	2	8	85.902	1	3	1	5
57.410	87	1	2	2	73.687	6	3	0	6	86.494	4	1	2	11

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

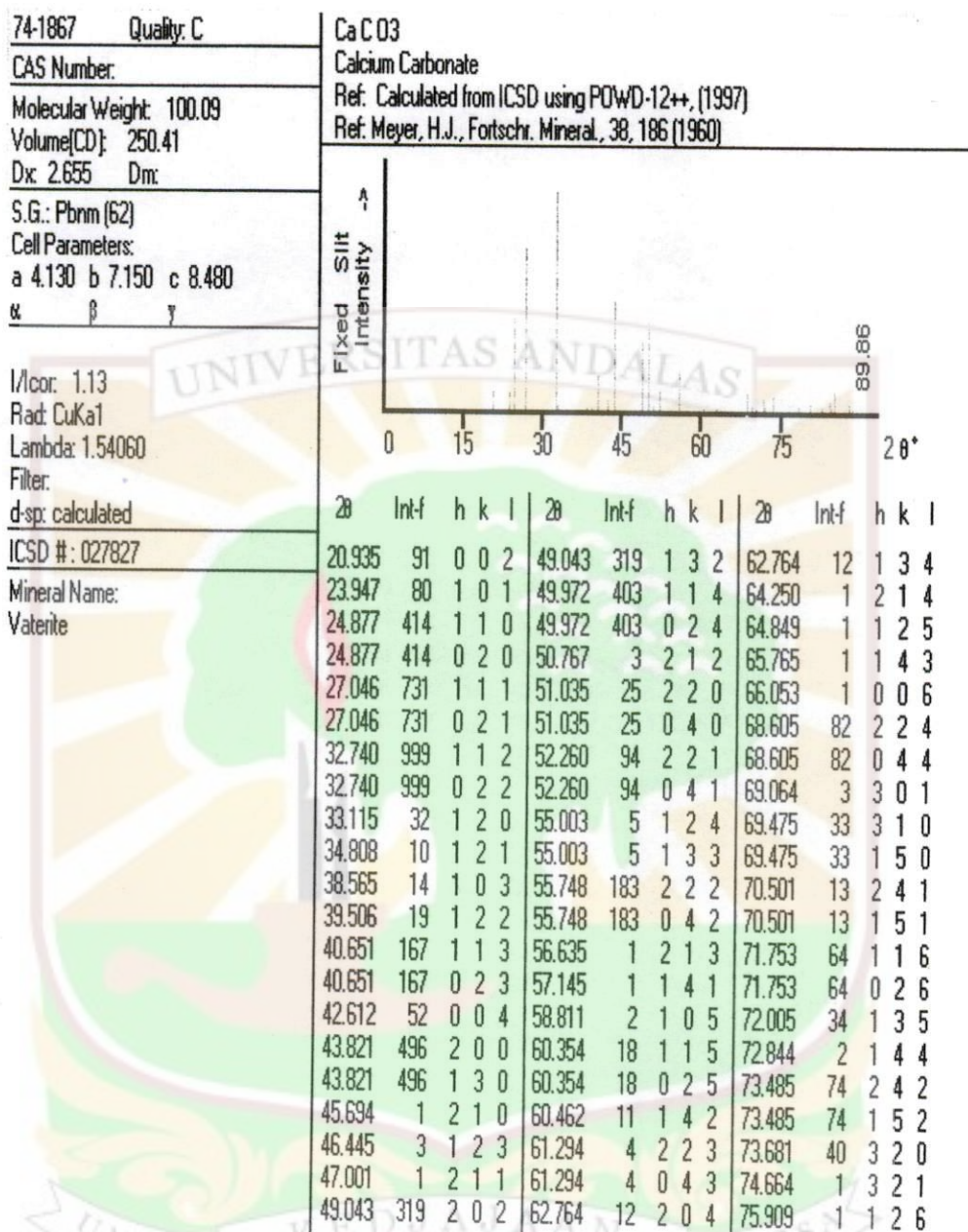
# Lampiran 8. Spektrum Standar PCC Aragonit

76-0606	Quality: C	Ca (C O3)
CAS Number:		Calcium Carbonate
Molecular Weight: 100.09		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Volume[CD]: 226.65		Ref: Dickens, B., Bowen, J.S., J. Res. Natl. Bur. Stand., Sect. A, 75, 27 (1971)
Dx: 2.933 Dm: 2.947		
S.G.: Pmcn (62)		
Cell Parameters:		
a 4.959 b 7.964 c 5.737		
$\alpha$ $\beta$ $\gamma$		
I/cor: 1.14		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-sp: calculated		
ICSD #: 034308		
Mineral Name:		
Aragonite		

2 $\theta$	Int-I	h	k	l	2 $\theta$	Int-I	h	k	l	2 $\theta$	Int-I	h	k	l
19.048	3	0	1	1	48.349	252	0	4	1	62.680	1	1	3	3
21.085	17	1	1	0	48.482	305	2	0	2	62.939	27	3	2	1
22.308	6	0	2	0	48.937	5	0	1	3	63.387	50	1	5	1
26.233	999	1	1	1	49.898	21	2	1	2	64.958	3	0	0	4
27.238	562	0	2	1	50.269	253	1	3	2	65.061	5	3	0	2
31.150	45	0	0	2	51.950	28	1	4	1	65.934	4	2	2	3
32.768	79	1	2	1	52.509	279	1	1	3	66.136	39	0	1	4
33.164	486	0	1	2	52.944	67	2	3	1	66.238	33	3	1	2
36.140	331	1	0	2	53.076	153	0	2	3	66.582	31	3	3	0
36.140	331	2	0	0	53.984	21	2	2	2	67.973	2	1	0	4
37.291	128	0	3	1	56.189	22	0	4	2	68.685	27	2	4	2
37.920	385	1	1	2	56.460	10	1	2	3	68.815	16	3	3	1
38.430	246	1	3	0	56.830	16	3	1	0	69.125	46	1	1	4
38.650	190	0	2	2	59.265	54	3	1	1	69.608	18	0	2	4
41.212	122	2	1	1	59.491	32	1	4	2	70.134	20	1	5	2
41.641	6	1	3	1	59.491	32	2	4	0	70.947	14	0	6	0
42.929	185	1	2	2	60.251	15	0	5	1	71.685	1	2	3	3
42.929	185	2	2	0	60.366	9	2	3	2	72.348	5	2	5	1
45.522	35	0	4	0	61.053	1	1	5	0	72.530	5	1	2	4
45.881	624	2	2	1	61.860	50	2	4	1	73.119	1	0	6	1
46.573	6	0	3	2	62.360	1	2	1	3	75.330	56	3	3	2

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

# Lampiran 9. Spektrum Standar PCC Vaterit





**Lampiran 10.** Spektrum PCC pada suhu  $30 \pm 3^\circ \text{C}$  dan menggunakan HCl 2,00 M

2 Theta	d(A)	Height	Area	FWHM
20,7221	4,28299	22,68	11,61	0,384
24,7527	3,59395	92,68	41,52	0,336
26,8941	2,74912	173,76	88,96	0,384
29,1624	3,05976	128,69	49,42	0,288
31,5003	2,83779	51,57	19,8	0,288
32,5441	3,31245	158,22	50,63	0,24
35,7343	2,51066	15,93	6,12	0,288
39,1937	2,29666	32,14	12,34	0,288
42,9217	2,10542	24,37	9,36	0,288
43,687	2,07029	95,46	42,77	0,336
45,1956	2,00463	38,23	14,68	0,288
47,2839	1,92085	30,98	9,91	0,24
48,8823	1,86171	37,95	12,15	0,24
49,813	1,82909	89,21	39,96	0,336
55,5997	1,65164	30,94	15,84	0,384
56,4043	1,62997	8,32	3,73	0,336
59,8735	1,54355	2,99	6,12	1,536
62,6401	1,48186	7,24	3,71	0,384
71,6234	1,31647	7,44	5,71	0,576
73,3222	1,29011	11,92	7,63	0,48
75,0842	1,26414	10,94	4,2	0,288
77,7472	1,22736	4,19	1,61	0,288

**Lampiran 11.** Spektrum PCC pada suhu  $30 \pm 3^\circ \text{C}$  dan menggunakan HCl 0,75 M

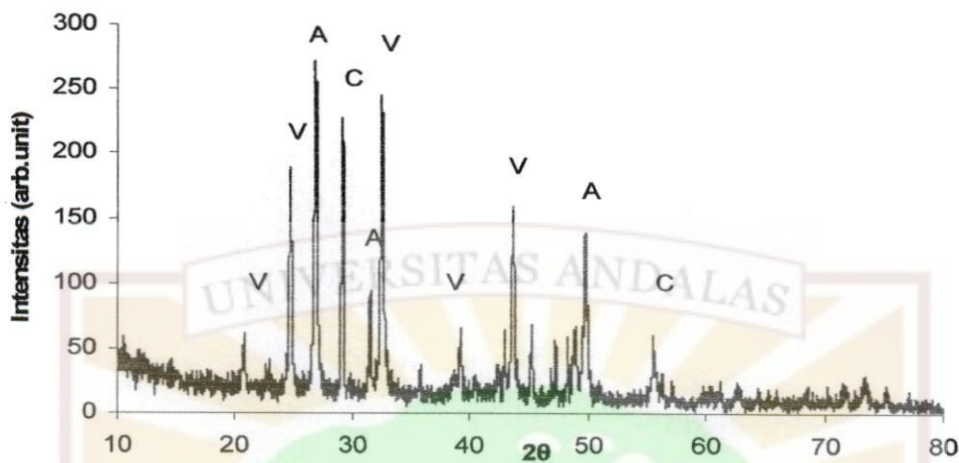
2 Theta	d(A)	Height	Area	FWHM
20,5461	4,3193	30,89	11,86	0,288
24,5379	3,62492	155,06	59,54	0,288
26,7393	3,33127	230,42	88,48	0,288
29,0563	3,07069	11,74	6,01	0,384
32,3666	2,76379	187,75	84,11	0,336
38,3625	2,34449	10,9	13,95	0,96
43,5987	2,07428	93,07	41,7	0,336
48,7374	1,86691	34,57	13,27	0,288
49,7011	1,83294	118,56	45,53	0,288
55,3798	1,65768	37,76	12,08	0,24
59,4688	1,55309	5,22	8,02	1,152
62,4797	1,48528	5,27	5,4	0,768
68,4682	1,36924	4,91	7,54	1,152
71,468	1,31895	11,91	9,15	0,576
73,1757	1,29233	18,82	7,23	0,288
74,6196	1,27086	3,38	1,08	0,24

**Lampiran 12.** Spektrum PCC pada suhu  $70 \pm 3^\circ \text{C}$  dan menggunakan HCl 0,75 M

2 Theta	d(A)	Height	Area	FWHM
20,7475	4,27782	65,4	25,11	0,288
24,6774	3,60475	139,08	44,51	0,24
25,9895	3,42565	37,86	14,54	0,288
26,8604	2,74766	240,75	77,04	0,24
29,1912	3,0568	10,03	3,85	0,288
32,5619	3,31653	250,38	80,12	0,24
35,8997	2,49948	15,07	4,82	0,24
37,6666	2,38619	14,79	5,68	0,288
38,7529	2,32176	11,33	23,21	1,536
42,4602	2,12723	40,92	15,71	0,288
43,615	2,07354	119,02	60,94	0,384
45,6123	1,98728	31,46	12,08	0,288
48,1397	1,88868	16,93	6,5	0,288
48,8198	1,86395	38,08	19,5	0,384
49,7847	1,83006	169,1	54,11	0,24
52,1678	1,75193	6,54	2,51	0,288
55,5227	1,65375	30,83	19,73	0,48
59,6655	1,54843	4,74	7,28	1,152
62,5706	1,48334	13,51	4,32	0,24
65,2812	1,42815	4,26	1,63	0,288
68,4356	1,36981	11,34	8,71	0,576
71,6145	1,31661	22,09	14,14	0,48
73,2275	1,29154	17,46	6,7	0,288



### Lampiran 13. Perhitungan ukuran kristal dengan metoda Scherrer



Spektrum XRD PCC dengan menggunakan HCl 2,00 M pada suhu  $30 \pm 3^\circ\text{C}$  pada  $2\theta = 29,16$

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{0,89 \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan :

$L$  = Ukuran kristal (nm)

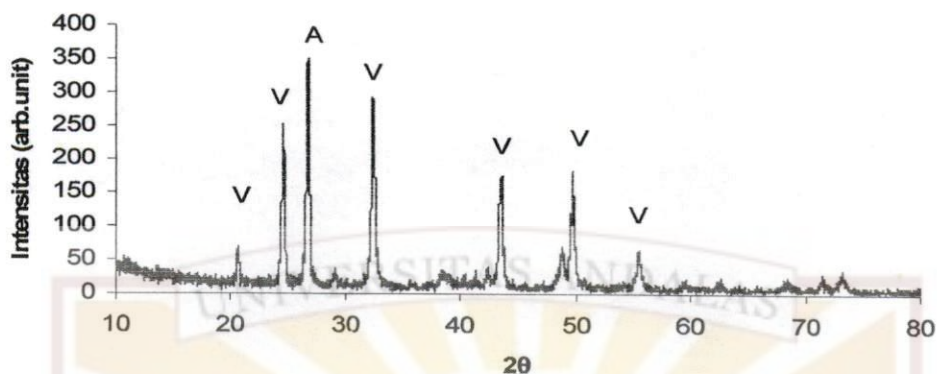
$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K  $\alpha$  (0,15406)

$B$  = FWHM (Full Width at Half Maximum) pada  $2\theta \times (\pi / 180)$

Ukuran kristal PCC (kalsit) yang diperoleh dengan menggunakan HCl 2,00 M pada suhu  $30 \pm 3^\circ\text{C}$

$$L = \frac{0,15406 \times 0,89}{(0,288 \times 3,14 / 180) \cos (29,16 / 2)} = 28,43 \text{ nm}$$

#### Lampiran 14. Perhitungan ukuran kristal dengan metoda Scherrer



Spektrum XRD PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C pada  $2\theta = 26,74$

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{0,89 \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan :

$L$  = Ukuran kristal (nm)

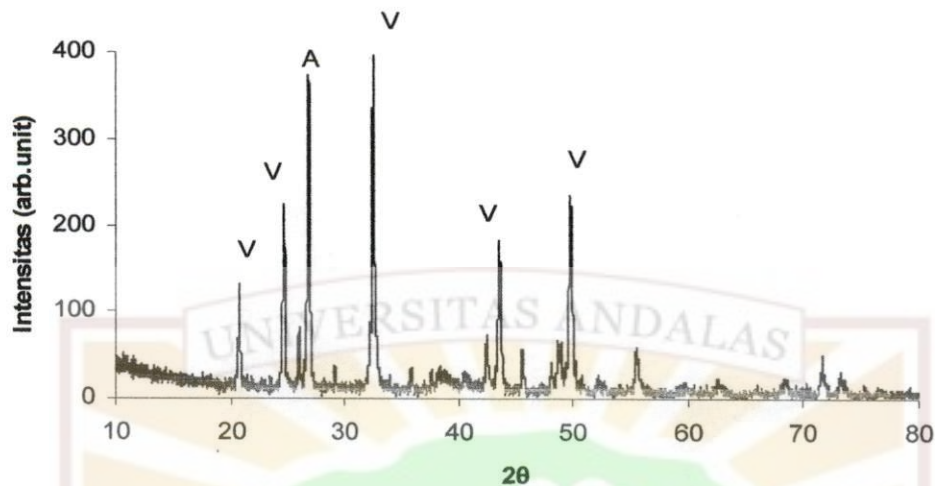
$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K  $\alpha$  (0,15406)

$B$  = FWHM (Full Width at Half Maximum) pada  $2\theta \times (\pi / 180)$

Ukuran kristal PCC (Aragonit) yang diperoleh dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu  $30 \pm 3$  °C

$$L = \frac{0,15406 \times 0,89}{(0,288 \times 3,14 / 180) \cos (26,74 / 2)} = 28,06 \text{ nm}$$

### Lampiran 15. Perhitungan ukuran kristal dengan metoda Scherrer



Spektrum XRD PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu  $70 \pm 3^\circ\text{C}$  pada  $2\theta = 32,56$

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{0,89 \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan :

$L$  = Ukuran kristal (nm)

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K  $\alpha$  (0,15406)

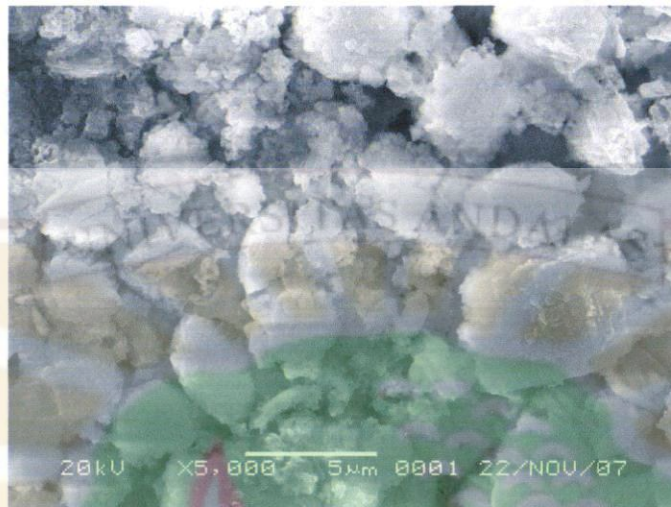
$B$  = FWHM (Full Width at Half Maximum) pada  $2\theta \times (\pi / 180)$

Ukuran kristal PCC (vaterit) yang diperoleh dengan menggunakan HCl 0,75 M pada suhu  $70 \pm 3^\circ\text{C}$

$$L = \frac{0,15406 \times 0,89}{(0,24 \times 3,14 / 180) \cos (32,56 / 2)} = 33,68 \text{ nm}$$

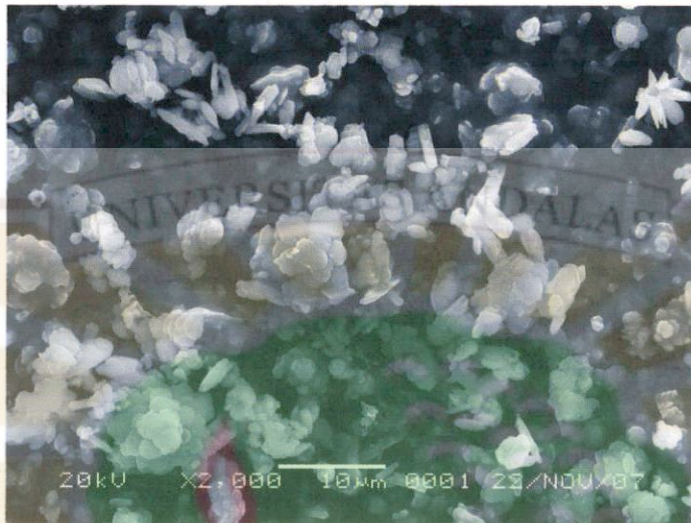


**Lampiran 16.** Hasil SEM PCC pada Suhu  $30 \pm 3$  °C dengan menggunakan HCl 0,75 M Perbesaran 5000 kali.



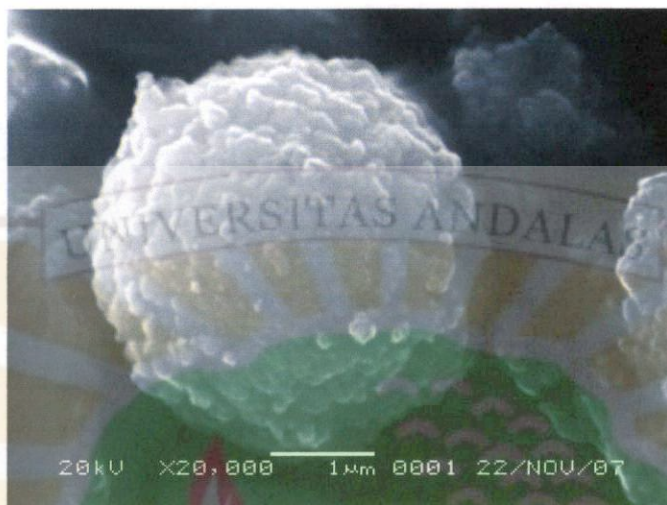
Gambar 8. SEM PCC pada suhu  $30 \pm 3$  °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 5000 kali.

**Lampiran 17.** Hasil SEM PCC pada Suhu  $70 \pm 3$  °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 2000 kali.



Gambar 9. SEM PCC pada suhu  $70 \pm 3$  °C dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 2000 kali.

**Lampiran 18.** Perhitungan Ukuran Partikel PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M dan suhu  $30 \pm 3^\circ \text{C}$  berdasarkan SEM



Gambar 10. SEM PCC pada suhu  $30 \pm 3^\circ \text{C}$  dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 20000 kali.

$$\text{Ukuran partikel} = \frac{\text{Lebar partikel (cm)}}{\text{Angka skala (cm)}} \times 1 \mu\text{m}$$

Ukuran partikel vaterit

Diketahui : Angka skala  $1 \mu\text{m} = 1,9 \text{ cm}$

$$\text{Lebar partikel} = 7,0 \text{ cm}$$

$$\text{Ukuran partikel} = \frac{7,0 \text{ cm}}{1,9 \text{ cm}} \times 1 \mu\text{m} = 3,68 \mu\text{m}$$



**Lampiran 19.** Perhitungan Ukuran Partikel PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M dan suhu  $70 \pm 3^\circ \text{C}$  berdasarkan SEM



Gambar 11. SEM PCC pada suhu  $70 \pm 3^\circ \text{C}$  dengan menggunakan HCl 0,75 M perbesaran 10000 kali.

$$\text{Ukuran partikel} = \frac{\text{Lebar partikel (cm)}}{\text{Angka skala (cm)}} \times 1 \mu\text{m}$$

Ukuran partikel vaterit

Diketahui : Angka skala  $1 \mu\text{m} = 0,9 \text{ cm}$

Lebar partikel =  $3,0 \text{ cm}$

$$\text{Ukuran partikel} = \frac{3,0 \text{ cm}}{0,9 \text{ cm}} \times 1 \mu\text{m} = 3,3 \mu\text{m}$$

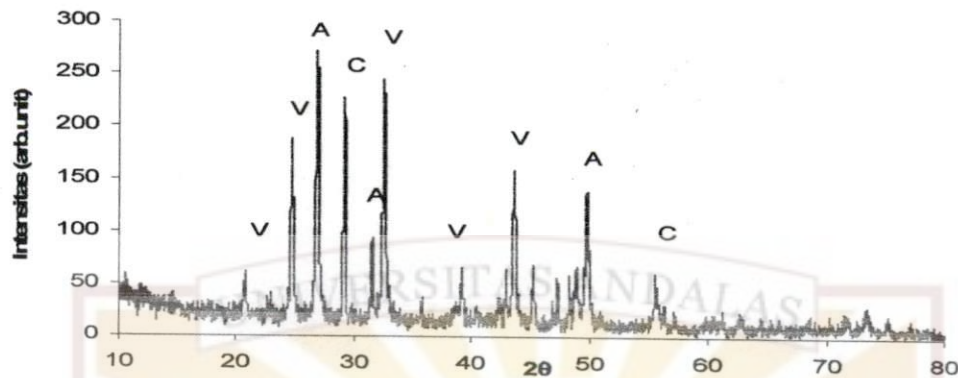
Ukuran partikel aragonit

Diketahui : Angka skala  $1 \mu\text{m} = 0,9 \text{ cm}$

Lebar partikel =  $3,5 \text{ cm}$

$$\text{Ukuran partikel} = \frac{3,5 \text{ cm}}{0,9 \text{ cm}} \times 1 \mu\text{m} = 3,8 \mu\text{m}$$

**Lampiran 20.** Perhitungan Presentase Komposisi Kristal PCC dengan menggunakan HCl 2,00 M dan suhu  $30 \pm 3^\circ \text{C}$



$$\begin{aligned} \% V &= \frac{\sum I_V}{\sum (I_A + I_C + I_V)} \\ &= \frac{100 + 29,68 + 51,34}{(100 + 29,68 + 51,34) + (74,06 + 17,8) + (91,06 + 54,94 + 53,34 + 18,49 + 13,06)} \\ &= 45,83 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% A &= \frac{\sum I_A}{\sum (I_A + I_C + I_V)} \\ &= \frac{100 + 29,68 + 51,34}{(100 + 29,68 + 51,34) + (74,06 + 17,8) + (91,06 + 54,94 + 53,34 + 18,49 + 13,06)} \\ &= 35,93 \% \end{aligned}$$

$$\% C = \frac{\sum I_C}{\sum (I_A + I_C + I_V)} = 18,24 \%$$

Keterangan :

% A = persentase kristal aragonit

% V = persentase kristal vaterit

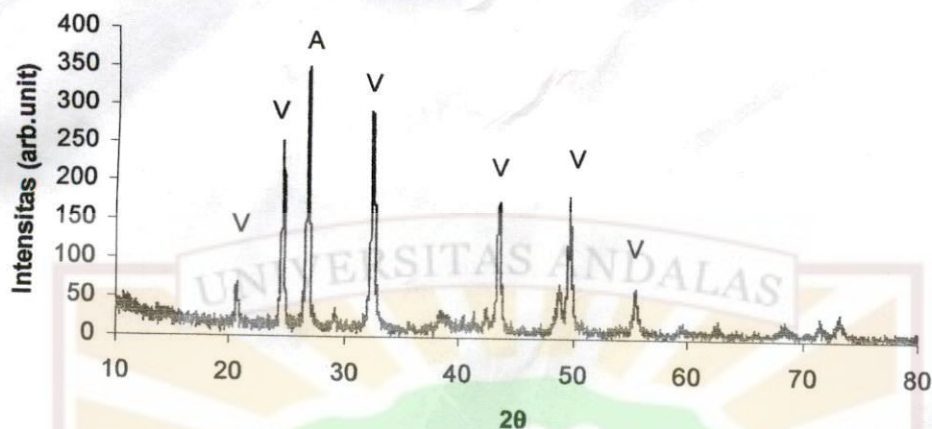
% C = persentase kristal kalsit

$\sum I_A$  = Jumlah Intensitas kristal aragonit

$\sum I_V$  = Jumlah Intensitas kristal vaterit

$\sum I_C$  = Jumlah Intensitas kristal kalsit

**Lampiran 21.** Perhitungan Presentase Komposisi Kristal PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M dan suhu  $30 \pm 3^\circ \text{C}$



$$\% V = \frac{\sum I_V}{\sum (I_A + I_V)} = \frac{81,84 + 67,3 + 51,46 + 40,39 + 16,39 + 13,4}{100 + (81,84 + 67,3 + 51,46 + 40,39 + 16,39 + 13,4)} = 73,01 \%$$

$$\% A = \frac{I_A}{I_A + I_V} = \frac{100}{100 + (81,84 + 67,3 + 51,46 + 40,39 + 16,39 + 13,4)} = 26,99 \%$$

Keterangan :

% A = persentase kristal aragonit

% V = persentase kristal vaterit

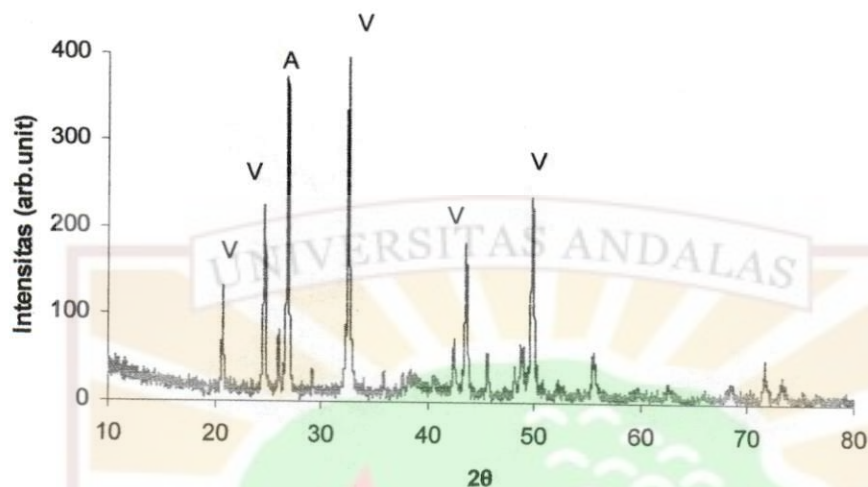
$\sum I_A$  = Jumlah Intensitas kristal aragonit

$\sum I_V$  = Jumlah Intensitas kristal vaterit

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA



**Lampiran 22.** Perhitungan Presentase Komposisi Kristal PCC dengan menggunakan HCl 0,75 M dan suhu  $70 \pm 3^\circ \text{C}$



$$\% V = \frac{\sum I_V}{\sum (I_A + I_V)} = \frac{(100 + 67,54 + 55,55 + 47,53 + 26,12)}{96,15 + (100 + 67,54 + 55,55 + 47,53 + 26,12)} = 75,53 \%$$

$$\% A = \frac{I_A}{\sum (I_A + I_V)} = \frac{96,15}{96,15 + (100 + 67,54 + 55,55 + 47,53 + 26,12)} = 24,47 \%$$

Keterangan :

% A = persentase kristal aragonit

% V = persentase kristal vaterit

$\sum I_A$  = Jumlah Intensitas kristal aragonit

$\sum I_V$  = Jumlah Intensitas kristal vaterit

**SKEMA KERJA****TAHAP I**