



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

**PEMBUATA PRECIPITATED CALCIUM CRABONATE (PCC)
DARI BATU KAPUR DENGAN METODE REUTILIZATIOAN
(ALIF'S METHOD)**

TESIS



Oleh

**SUSANTI TRIANA TANJUNG
08 21207 006**

**PROGRAM STUDI KIMIA
PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2010**

Pembuatan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari Batu Kapur dengan Metoda *Reutilization* (*Alif's Method*)

Oleh: Susanti Triana Tanjung

(Di bawah bimbingan Admin Alif dan Syukri Arief)

RINGKASAN

Pemanfaatan batu kapur di Sumbar saat ini masih terbatas penggunaannya. Penggunaan batu kapur yang diolah secara tradisional secara umum tidak dapat meningkatkan kesejahteraan rakyat. Oleh karena itu, perlu adanya usaha untuk meningkatkan nilai tambah produk batu kapur, yaitu dengan mengolahnya menjadi produk yang lebih berdaya guna dalam industri seperti GCC (*Ground Calcium Carbonate*) ataupun *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) yang memiliki nilai ekonomis tinggi. Saat ini PCC dapat disintesis melalui tiga metoda, yaitu metoda *solway*, kaustik soda, dan karbonasi, yang melibatkan berbagai proses dan reaksi kimia seperti kalsinasi, hidrasi dan karbonasi atau proses larutan. Proses pembuatan PCC yang efektif, sederhana, waktu pembuatan yang relatif singkat, serta penggunaan bahan kimia yang relatif murah sangat diharapkan untuk menghemat biaya produksi. Pada penelitian ini metode pembuatan PCC yang digunakan adalah metoda *reutilization* (*Alif's Method*), yang menggunakan larutan asam klorida (HCl) sebagai pelarut batu kapur alam untuk menghasilkan pereaksi kalsium klorida (CaCl_2) dan larutan natrium hidroksida (NaOH) sebagai bahan baku pembuatan pereaksi natrium karbonat (Na_2CO_3), dimana Na_2CO_3 dihasilkan dari reaksi antara larutan NaOH dengan gas CO_2 (hasil sampingan dari reaksi batu kapur dengan HCl). Kemudian kedua produk hasil reaksi ini direaksikan kembali untuk mendapatkan produk PCC target, sedangkan produk sampingan berupa garam natrium klorida (NaCl) dapat dimanfaatkan untuk bidang perikanan ataupun dimurnikan menjadi garam dapur, sehingga tidak ada pereaksi atau hasil reaksi yang terbuang percuma.

Sampel batu kapur diambil dari daerah Halaban Kab. 50 Kota Prov. Sumbar. Sampel batu kapur dihaluskan, diayak dengan ayakan ukuran partikel lolos 90 μm kemudian disiapkan untuk analisis kuantitatif dengan

Spektrofotometer Serapan Atom (AAS). Dari hasil analisis AAS dan pengkonversian data maka didapatkan kadar CaCO_3 dalam sampel batu kapur adalah 90,98%. Sebanyak $\pm 2,5$ g sampel batu kapur dimasukkan ke dalam erlenmeyer vakum (mulut vakumnya sudah dipasang slang karet sepanjang ± 10 cm lalu disambung dengan batangan kaca ± 10 cm), setelah itu di atas erlenmeyer tersebut dipasangkan buret yang diisi dengan 30 mL larutan HCl 2M. Kemudian ke dalam erlenmeyer yang lain dimasukkan larutan NaOH 2M sebanyak 25 mL sebagai larutan penampung gas CO_2 yang akan dihasilkan. Batang kaca hasil sambungan dari mulut erlenmeyer tadi dimasukan sampai ujungnya tercelup ke dalam larutan NaOH penampung dan ditutup. Setelah setingan alat selesai, larutan HCl dari dalam buret diturunkan secara perlahan (1 mL/menit) sambil diaduk dengan *stirrer* selama 60 menit dengan kecepatan 700 rpm. Gas CO_2 yang dihasilkan mengalir ke dalam NaOH penampung sambil diaduk dengan *stirrer* selama 60 menit dengan kecepatan 300 rpm, larutan ini disebut larutan B lalu dicek pH larutannya (pH B). Larutan hasil pelarutan batu kapur dalam erlenmeyer vakum disaring dan diambil filtratnya sebagai larutan A dan dicek pH-nya (pH A). Kemudian kedua larutan (A dan B) tersebut dicampurkan sambil diaduk dengan *stirrer* dengan kecepatan 700 rpm selama 30 menit pada suhu kamar. Suspensi CaCO_3 yang terbentuk disaring dan dicek pH filtrat campurannya (pH C). PCC yang terbentuk disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu 110°C .

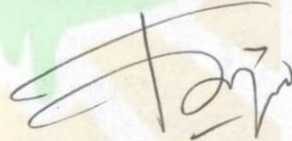
Pada penelitian ini ada dua variasi perlakuan yaitu variasi cara dan variasi suhu pencampuran larutan. Pencampuran dilakukan dengan tiga cara, yaitu pencampuran langsung larutan B ke dalam larutan A dengan cepat, dan pencampuran dengan mengatur kecepatan penambahan (*addition rate*) larutan B dengan dua variasi kecepatan yaitu 3 mL/menit dan 8 mL/menit. Cara mengatur kecepatannya adalah dengan memasukan larutan B ke dalam buret, kemudian diturunkan secara perlahan sesuai dengan kecepatan yang diinginkan, yang dilakukan pada suhu kamar. Variasi suhu pencampuran ada tiga yaitu suhu kamar ($\pm 30^\circ\text{C}$), suhu 60°C dan 90°C , dengan cara pencampuran langsung/cepat.

Hasil pembuatan PCC dengan variasi cara pencampuran memberikan rendemen sebesar 70,22% untuk cara langsung/cepat; 69,85% untuk *addition rate*

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Dengan ini saya menyatakan bahwa isi tesis yang saya tulis dengan judul:
"PEMBUATAN *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC)* DARI BATU KAPUR DENGAN METODA *REUTILIZATION (ALIF'S METHOD)*" adalah hasil kerja/karya saya sendiri dan bukan merupakan jiplakan dari hasil kerja/karya orang lain, kecuali kutipan yang sumbernya dicantumkan. Jika kemudian hari pernyataan ini tidak benar, maka kelulusan dan gelar yang saya peroleh menjadi batal dengan sendirinya.

Padang, Agustus 2010
Yang membuat pernyataan,



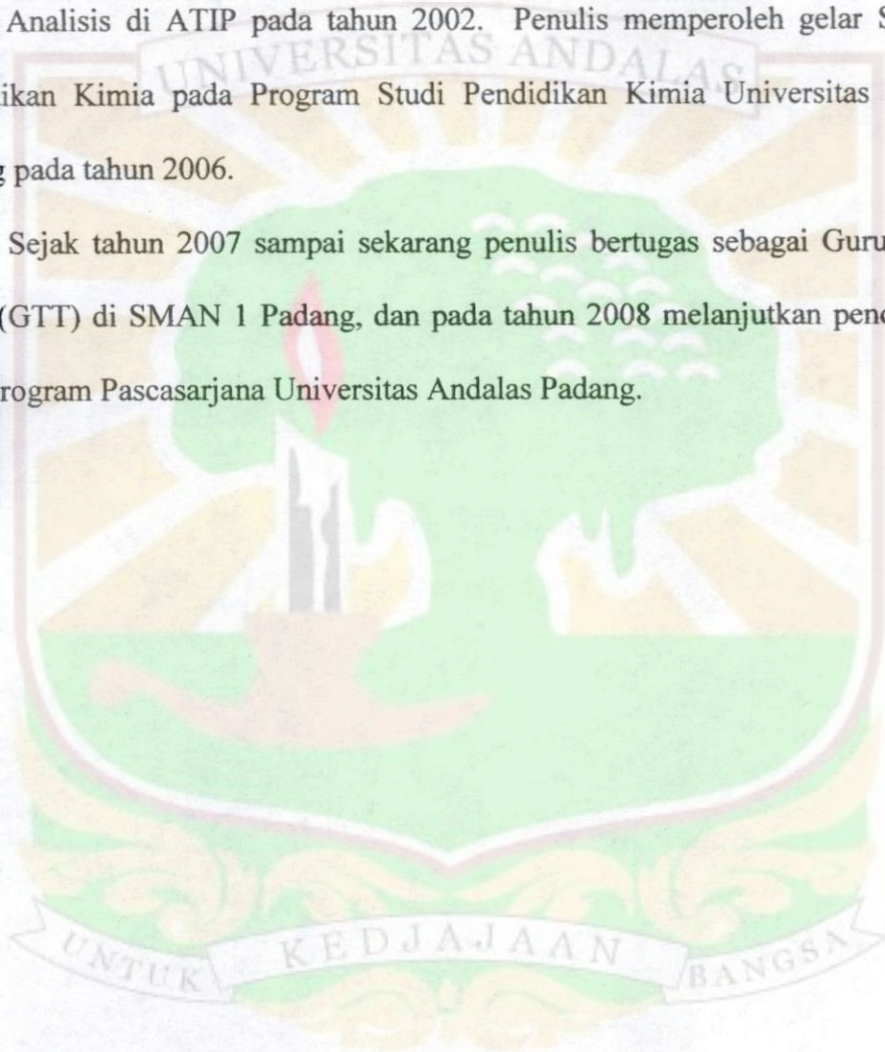
Susanti Triana Tanjung
No.BP: 08 212 07 006



DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan pada hari Senin tanggal 26 Mei 1980, sebagai anak ketiga dari ayah Daharuddin dan ibu Kartina. Penulis menamatkan pendidikan SD pada tahun 1992, SMP tahun 1995, SMAKPA tahun 1999 di Padang, serta D3 Kimia Analisis di ATIP pada tahun 2002. Penulis memperoleh gelar Sarjana Pendidikan Kimia pada Program Studi Pendidikan Kimia Universitas Negeri Padang pada tahun 2006.

Sejak tahun 2007 sampai sekarang penulis bertugas sebagai Guru Tidak Tetap (GTT) di SMAN 1 Padang, dan pada tahun 2008 melanjutkan pendidikan pada Program Pascasarjana Universitas Andalas Padang.



KATA PENGANTAR

Puji syukur atas rahmat dan karunia Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis ini. Tesis ini ditulis berdasarkan hasil penelitian dengan judul “**Pembuatan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari Batu Kapur dengan Metoda *Reutilization* (*Alif's Method*)”.**

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Prof. Dr. Admin Alif, M.Sc dan Bapak Prof. Dr. Syukri Arief, M.Eng sebagai ketua dan anggota komisi pembimbing yang telah memberikan bimbingan, petunjuk, arahan, saran, dan kritikan, sehingga tesis ini terwujud. Tak lupa juga penulis ucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tesis ini, terima kasih atas dorongan, semangat dan do'a yang telah diberikan kepada penulis.

Akhirnya penulis berharap semoga hasil-hasil penelitian yang dituangkan dalam tesis ini akan bermanfaat dalam pengembangan ilmu pengetahuan dalam bidang sintesis PCC. Amiin.

Padang, Agustus 2010

Penulis

Judul Penelitian : **PEMBUATAN *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) DARI BATU KAPUR DENGAN METODA *REUTILIZATION (ALIF'S METHOD)***

Nama Mahasiswa : **SUSANTI TRIANA TANJUNG**


Nomor Pokok : **0821207006**

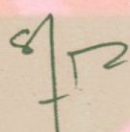
Program studi : **KIMIA**

Tesis ini telah diuji dan dipertahankan di depan sidang panitia ujian akhir Magister Sains pada Program Pascasarjana Universitas Andalas dan dinyatakan lulus pada tanggal 31 Agustus 2010.

Menyetujui,

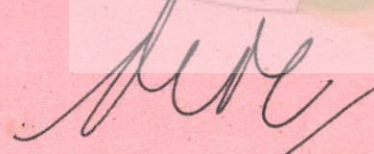
1. Komisi Pembimbing,

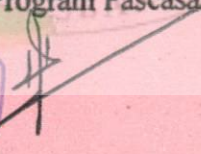

Prof. Dr. Admin Alif, M.Sc
Ketua

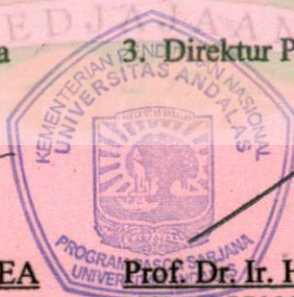

Prof. Dr. Syukri Arief, M.Eng
Anggota

2. Ketua Program Studi Kimia

3. Direktur Program Pascasarjana


Dr. H. Djaswir Darwis, MS.DEA
NIP. 195012081980031001


Prof. Dr. Ir. H. Novirman Jamarun, M.Sc
NIP. 195511061980031001



**PEMBUATAN *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC)
DARI BATU KAPUR DENGAN METODA *REUTILIZATION*
(*ALIF'S METHOD*)**



**PROGRAM STUDI KIMIA
PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2010**

3 mL/menit dan 69,92% untuk 8 mL/menit. Sedangkan rendemen pada variasi suhu pencampuran adalah 70,22% untuk suhu kamar; 72,35% untuk suhu 60 °C, dan 67,18% untuk suhu 90 °C. Pada pencampuran langsung/cepat dihasilkan kalsit 84,93% dengan bentuk *rhombohedral* bertumpuk tak beraturan dengan panjang partikel 2,1-2,37 μm , lebar 0,79-1,84 μm dan vaterit 15,07% dengan bentuk *spherical* (seperti bola) dengan panjang 5-5,67 μm dan lebar 4,87-5,53 μm . Pada pencampuran dengan *addition rate* 3 mL/menit dihasilkan kalsit 81,96% bentuk *rhombohedral* bertumpuk tak beraturan dengan panjang 1,84-3,67 μm , lebar 1,45-2,17 μm dan vaterit 18,04% berbentuk gumpalan dari lempengan pipih berbentuk lingkaran dengan panjang 4-6,67 μm dan lebar 3,00-5,33 μm . Sedangkan pada pencampuran dengan *addition rate* 8 mL/menit dihasilkan kalsit *rhombohedral* yang sangat tidak beraturan dengan panjang 1,18-2,67 μm , lebar 0,92-2,00 μm . Pada suhu 60 °C dihasilkan kalsit 48,37% berbentuk *rhombohedral* yang lebih teratur dengan panjang 1,25-2,29 μm , lebar 1,25-2,29 μm dan vaterit 51,63% bentuk *spherical* yang sedikit pipih bertumpuk-tumpuk dengan panjang 5,00-11,67 μm , lebar 4,00-10,67 μm . Sedangkan pada suhu pencampuran 90 °C dihasilkan *rhombohedral* kalsit 90,58% dengan panjang 1,45-4,86 μm , lebar 1,32-3,70 μm dan aragonit 9,42% dengan bentuk *orthorhombic* berbentuk *needle-like* panjang 0,32-3,87 μm , lebar 0,06-0,33 μm .

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa suhu dan cara pencampuran berpengaruh terhadap rendemen dan morfologi kristal. Semakin cepat pencampuran/penambahan larutan Na_2CO_3 ke dalam larutan CaCl_2 semakin tinggi rendemennya. Pencampuran pada suhu 60 °C merupakan suhu optimum karena memberikan rendemen yang relatif tinggi yaitu 72,35%. Semakin cepat pencampuran pereaksi semakin kecil ukuran partikelnya dan semakin tinggi tingkat kehomogenan ukurannya. Semakin rendah suhu pencampuran maka semakin kecil ukuran partikelnya, tetapi tingkat kehomogenannya semakin tinggi. Pencampuran pada suhu tinggi (± 90 °C) menghasilkan kristal aragonit sedangkan pada suhu yang lebih rendah menghasilkan kalsit dan vaterit. Ukuran kristal yang dihasilkan dari perlakuan variasi cara pencampuran berkisar antara 40–51 nm, sedangkan untuk perlakuan variasi suhu pencampuran didapatkan kristal dengan ukuran 40-45 nm.

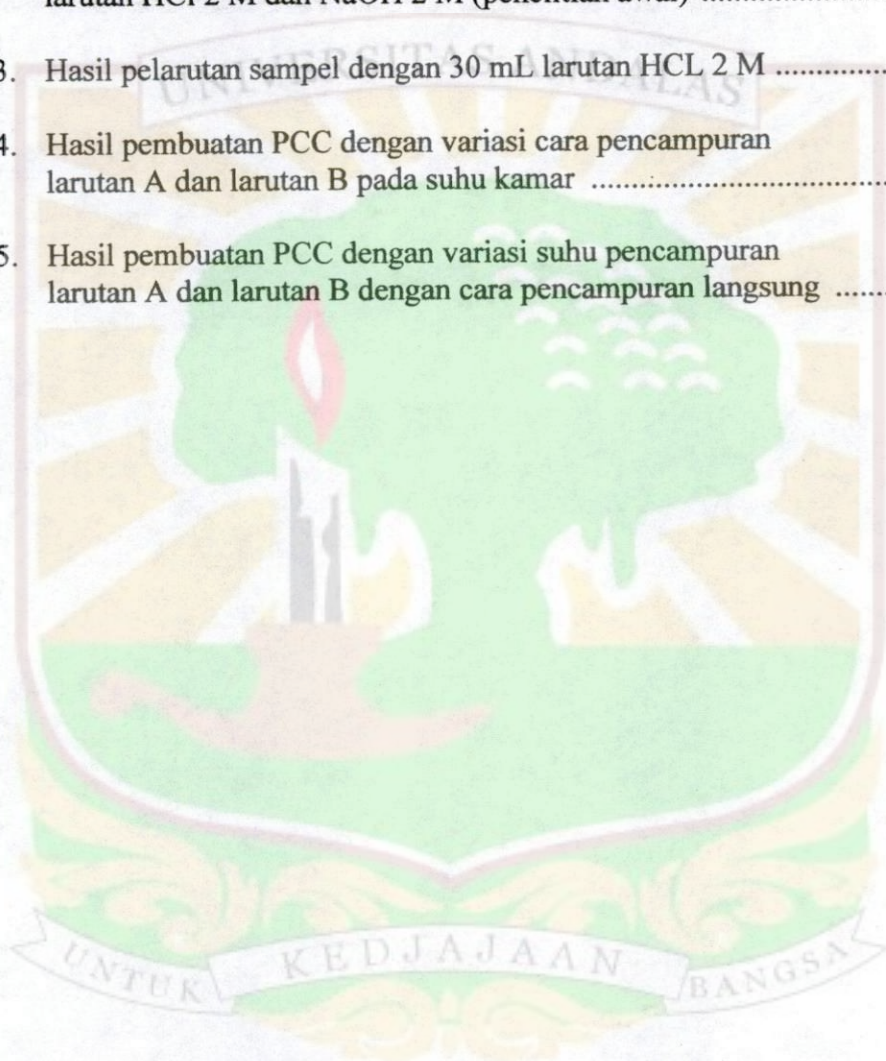
DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Batu Kapur	6
2.2 Kalsium Karbonat (CaCO_3)	7
2.3 <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> (PCC)	8
2.3.1 Aplikasi PCC	10
2.3.2 Struktur Kristal	10
2.3.3 Pembuatan PCC	12
2.4 Metoda Analisis	14
2.4.1 <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS)	14
2.4.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	16
2.4.3 <i>X-Ray Powder Diffraction</i> (XRD)	17
III. METODA PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Prosedur Penelitian	19

3.2.1	Alat dan Bahan	19
3.2.2	Pengambilan Sampel dan Perlakuan Awal Sampel	19
3.2.3	Proses Pembuatan PCC	20
3.2.3.1	Penentuan Volume Larutan HCl 2 M dan NaOH 2 M Sebagai Penelitian Awal	20
3.2.3.2	Variasi Cara Pencampuran Larutan A dan B	21
3.2.3.3	Variasi Suhu Pencampuran Larutan A dan B	21
3.2.3.4	Penyaringan, Pencucian, dan Pengeringan PCC	22
3.2.4	Karakterisasi Sampel dan Produk (PCC)	22
 IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Hasil Analisis AAS Sampel Batu Kapur dan Produk PCC	24
4.2	Produk PCC dari Berbagai Variasi Volume Larutan HCl dan NaOH Penampung (Penelitian Awal)	25
4.3	Proses Pelarutan Sampel dengan Larutan HCl 2 M	27
4.4	Hasil Pembuatan PCC dengan Berbagai Variasi Perlakuan	28
4.5	Pengaruh Cara Pencampuran Larutan Na ₂ CO ₃ Terhadap Rendemen dan Morfologi Kristal PCC	30
4.5.1	Pengaruh Cara Pencampuran Larutan Na ₂ CO ₃ Terhadap Rendemen	30
4.5.2	Pengaruh Cara Pencampuran Larutan Na ₂ CO ₃ Terhadap Morfologi Kristal	30
4.6	Pengaruh Suhu Pencampuran Larutan Terhadap Rendemen dan Morfologi Kristal PCC	37
4.6.1	Pengaruh Suhu Pencampuran Larutan Terhadap Rendemen .	37
4.6.2	Pengaruh Suhu Pencampuran Larutan Terhadap Morfologi Kristal	38
4.7	Uji Kualitatif Produk	42
 V. KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	43
5.2	Saran	43
DAFTAR PUSTAKA		44
LAMPIRAN		47

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Komposisi kimia sampel batu kapur dan produk PCC	24
Tabel 2. Hasil pembuatan PCC dari berbagai variasi volume larutan HCl 2 M dan NaOH 2 M (penelitian awal)	26
Tabel 3. Hasil pelarutan sampel dengan 30 mL larutan HCL 2 M	27
Tabel 4. Hasil pembuatan PCC dengan variasi cara pencampuran larutan A dan larutan B pada suhu kamar	29
Tabel 5. Hasil pembuatan PCC dengan variasi suhu pencampuran larutan A dan larutan B dengan cara pencampuran langsung	29



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Bentuk kristal CaCO_3	11
Gambar 2. Pola XRD PCC sampel A dengan cara pencampuran langsung dan cepat pada suhu kamar	31
Gambar 3. Hasil SEM PCC sampel A dengan cara pencampuran langsung dan cepat pada suhu kamar	32
Gambar 4. Pola XRD PCC sampel B dengan laju penambahan 3 mL/menit pada suhu kamar	34
Gambar 5. Hasil SEM PCC sampel B dengan laju penambahan 3 mL/menit pada suhu kamar	35
Gambar 6. Pola XRD PCC sampel C dengan laju penambahan 8 mL/menit pada suhu kamar	36
Gambar 7. Hasil SEM PCC sampel C dengan laju penambahan 8 mL/menit pada suhu kamar	36
Gambar 8. Pengaruh suhu pencampuran terhadap rendemen PCC	37
Gambar 9. Pola XRD PCC sampel D dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 60°C	38
Gambar 10. Hasil SEM PCC sampel D dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 60°C	39
Gambar 11. Pola XRD PCC sampel E dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 90°C	40
Gambar 12. Hasil SEM PCC sampel E dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 90°C	41

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Skema kerja penelitian	47
Lampiran 2. Perhitungan kadar senyawa	50
Lampiran 3. Data hasil uji laboratorium sampel pada DESDM Prov. Sumbar	55
Lampiran 4. Perhitungan stoikiometri reaksi	56
Lampiran 5. Perhitungan nilai rendemen PCC	57
Lampiran 6. Perhitungan persentase kelarutan sampel	59
Lampiran 7. Perhitungan persentase kehilangan/pengurangan kadar senyawa dalam produk PCC	60
Lampiran 8. Perhitungan perbandingan persentase struktur kristal berdasarkan hasil analisis XRD	60
Lampiran 9. Perhitungan ukuran kristal PCC berdasarkan data XRD.....	62
Lampiran 10. Contoh perhitungan ukuran partikel PCC	63
Lampiran 11. Hasil SEM kelima produk PCC	64
Lampiran 12. Gambar setingan alat penelitian	66
Lampiran 13. <i>Data base PCPDFWIN calcium carbonate</i> keluaran JCPDS .	67
Lampiran 14. Data Analisis XRD kelima produk PCC	69

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan batu kapur di Sumatera Barat saat ini masih terbatas penggunaannya sebagai bahan bangunan, kapur tohor (sebagai perekat dalam adukan semen atau pemutih pada tembok), bahan baku pupuk, konstruksi jalan ataupun perumahan. Di sektor industri, batu kapur digunakan sebagai bahan pembuat keramik, gelas kaca, peleburan dan pemurnian baja, bahan pemutih, pembuatan soda abu, penjernihan air, industri farmasi, semen portland, karet, bahan penetralisasi keasaman tanah, karbit, dan pada proses pengendapan bijih nikel (Oates, 1990). Penggunaan batu kapur yang diolah secara tradisional secara umum tidak dapat meningkatkan kesejahteraan rakyat. Oleh karena itu, perlu adanya terobosan baru atau usaha lain untuk meningkatkan kualitas atau nilai tambah produk batu kapur, salah satu usahanya adalah dengan mengolahnya menjadi produk yang lebih berdaya guna dalam industri seperti pembuatan GCC (*Ground Calcium Carbonate*) ataupun *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) yang memiliki nilai ekonomis tinggi.

PCC merupakan batu kapur yang sudah diolah sedemikian rupa sehingga membentuk partikel kecil yang homogen dan sifatnya mudah diatur. PCC memiliki ukuran partikel yang relatif seragam sehingga tingkat kehomogenan lebih tinggi, sedangkan GCC mempunyai ukuran yang lebih bervariasi (Ahn, 2005). PCC memiliki sifat keistimewaan karakteristik seperti ukuran butiran, bentuk dan jenis kristal sesuai yang dikehendaki konsumen yang dapat diwujudkan melalui pengendalian reaksi kimianya. Saat ini PCC telah memasuki

industri makanan yaitu sebagai bahan tambahan (*food additive*), mencegah oksidasi, memperbaiki hasil cetak dan sebagainya. Aplikasi lain dari PCC adalah pada industri cat, karet, plastik, pasta gigi, aditif pada pembuatan kertas, dan berbagai penggunaan lainnya (Azis, 1997; Kralj, Kontrec, and Brecevic, 1997).

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dapat disintesis dari batu kapur melalui tiga metoda, yaitu metoda solvay, kaustik soda, dan karbonasi (Aziz, 1997), yang melibatkan berbagai proses dan reaksi kimia seperti proses kalsinasi, proses hidrasi dan karbonasi atau proses larutan. Kondisi dari masing-masing proses seperti temperatur, pH, konsentrasi larutan dan kecepatan alir gas CO_2 pada metoda karbonasi atau penambahan pereaksi (Na_2CO_3) pada metoda kaustik soda perlu diatur dan dikontrol untuk mendapatkan PCC berkualitas tinggi sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan (Potgieter, Potgieter, and Waal, 2003; Ahn, 2005; Jamarun, Rahmadanis, dan Arief, 2005). Dijelaskan lebih lanjut oleh Brady and John (1992) bahwa kelemahan pada metode kaustik soda adalah rendemen PCC yang dihasilkan relatif rendah, karena dibatasi oleh kelarutan CaO untuk membentuk Ca(OH)_2 (kapur susu) yang kecil dalam air ($K_{sp} \text{Ca(OH)}_2$ $7,9 \times 10^{-6}$, suhu 20°C). Menurut Keenan, Kleinfelter, and Wood (1989), pada proses hidrasi yang menggunakan air murni saja akan menghasilkan larutan Ca(OH)_2 relatif kecil ($K_{sp} = 5,5 \times 10^{-6}$) sehingga PCC yang dihasilkan juga sedikit, untuk memperoleh larutan Ca(OH)_2 yang lebih besar perlu ditambah dengan larutan asam sehingga diharapkan jumlah PCC yang dihasilkan akan lebih banyak, jadi jika CaO hasil kalsinasi dilarutkan dalam asam sehingga menghasilkan garam dengan kelarutan tinggi seperti CaCl_2 maka akan meningkatkan jumlah rendemen PCC yang dihasilkan.

Beberapa penelitian telah dilakukan dengan berbagai jenis variasi asam dan konsentrasinya seperti asam asetat, asam klorida dan asam nitrat menggunakan metoda kaustik soda (natrium karbonat sebagai pereaksi) ataupun penggunaan asam oksalat dan asam-asam organik dalam metoda karbonasi. Elfina (2006), Wiwit (2006), Yulfitrin (2007), dan Hermawan (2008) mengemukakan bahwa bentuk kristal PCC yang dihasilkan dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi asam yang digunakan, secara umum hasilnya berupa kalsit dan vaterit.

Pada saat ini sudah banyak dilakukan penelitian yang menunjukkan bahwa PCC tidak hanya dapat dibuat dari kapur susu saja tapi juga dapat disintesis dari reaksi garam CaCl_2 dengan Na_2CO_3 (Kawano, Shimobaytshi, Kitamura, Kenji, and Aikawa, 2002), atau dari reaksi antara CaCl_2 dengan MgCO_3 (Deng and Zhu, 2004), ataupun dari reaksi antara kalsium asetat dengan Na_2CO_3 (Rui-Juan and Zhu, 2006).

Proses pembuatan PCC yang efektif, sederhana, waktu pembuatan yang relatif singkat, serta penggunaan bahan-bahan kimia yang relatif murah sangat diharapkan untuk menghemat biaya produksi dalam dunia industri. Berpedoman kepada sifat kimia dari kalsium karbonat, dimana kalsium karbonat (batu kapur) jika diberi asam kuat seperti larutan HCl maka akan menimbulkan reaksi dengan keluarnya gas CO_2 (Riyanto, 1993), maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian sintesis PCC dengan cara melakukan pelarutan/reaksi langsung antara batu kapur alam dengan larutan asam kuat HCl, dimana gas CO_2 hasil reaksi nantinya dimanfaatkan dalam pembuatan pereaksi Na_2CO_3 .

Pada penelitian ini metode pembuatan PCC yang digunakan adalah metoda *reutilization (Alif's Method)*, yang menggunakan larutan asam klorida

(HCl) sebagai pelarut batu kapur alam untuk menghasilkan pereaksi kalsium klorida (CaCl_2) dan larutan natrium hidroksida (NaOH) sebagai bahan baku pembuatan pereaksi natrium karbonat (Na_2CO_3), dimana Na_2CO_3 dihasilkan dari reaksi antara larutan NaOH dengan gas CO_2 (hasil sampingan dari reaksi batu kapur dengan HCl). Kemudian kedua produk hasil reaksi ini direaksikan kembali untuk mendapatkan produk PCC target, sedangkan produk sampingan berupa garam natrium klorida (NaCl) dapat dimanfaatkan untuk bidang perikanan ataupun dimurnikan menjadi garam dapur, sehingga tidak ada pereaksi atau hasil reaksi yang terbuang percuma.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh pelarutan langsung batu kapur alam dengan larutan HCl dalam pembuatan PCC terhadap pembentukan kristal PCC yang ditentukan melalui rendemen dan kehomogenan PCC yang dihasilkan?
2. Apakah suhu dan cara pencampuran larutan CaCl_2 dengan larutan Na_2CO_3 mempengaruhi rendemen dan morfologi kristal PCC?

1.3 Tujuan Penelitian

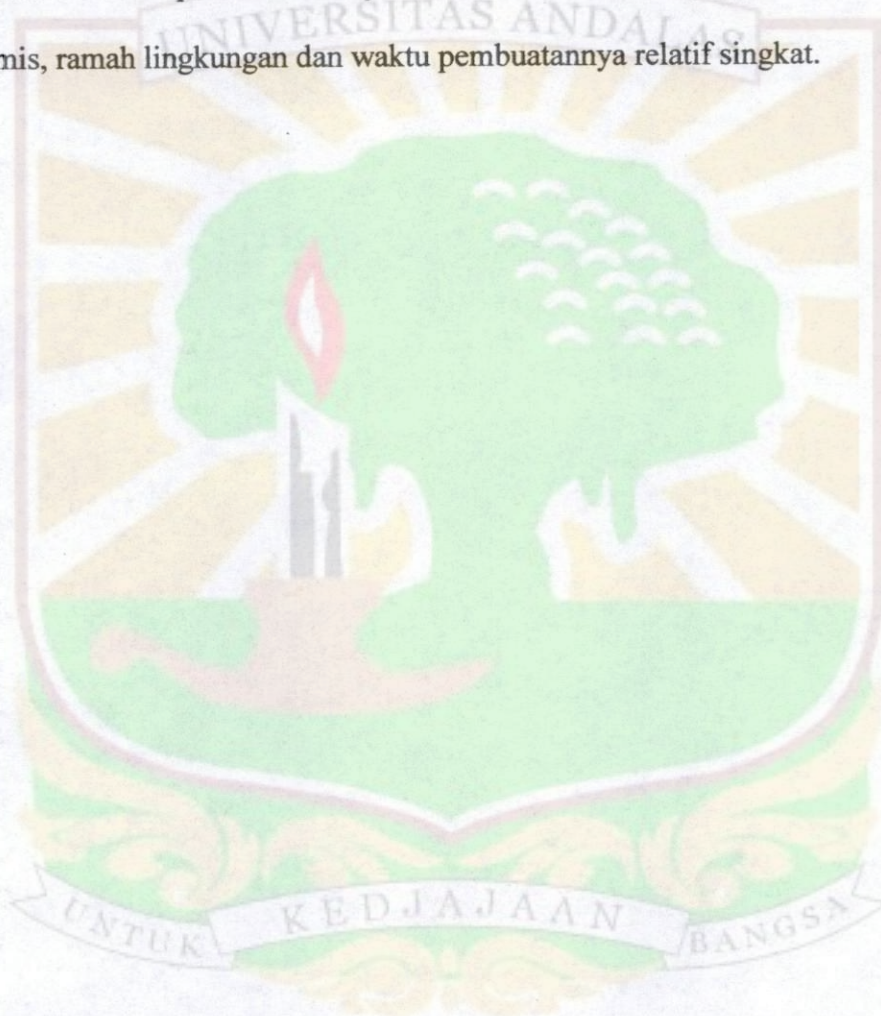
Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengolah batu kapur menjadi PCC dengan cara yang lebih sederhana, ekonomis, ramah lingkungan dan waktu pembuatannya relatif singkat.
2. Mempelajari pengaruh pelarutan langsung batu kapur alam dengan larutan HCl terhadap pembentukan kristal PCC yang dihasilkan.

3. Mempelajari pengaruh suhu dan cara pencampuran larutan CaCl_2 dengan larutan Na_2CO_3 terhadap rendemen dan morfologi kristal PCC.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memberikan informasi tentang pengolahan batu kapur alam menjadi PCC melalui cara yang lebih sederhana, ekonomis, ramah lingkungan dan waktu pembuatannya relatif singkat.



II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Batu Kapur

Batu kapur merupakan mineral yang terjadi secara alami. Pada umumnya terbentuk karena proses pengendapan fosil binatang dan tumbuhan yang hidup di laut dan bertumpuk pada dasar laut. Di bawah tekanan tinggi akan mengeras menjadi batuan dan karena proses-proses alam seperti pergeseran, maka akan timbul ke permukaan laut dan terangkat menjadi pegunungan batu kapur (PDEC Bandung, 1987; Oates, 1990; Bowles, 1991).

Batu kapur adalah 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 industri, batu kapur digunakan sebagai bahan dasar pada industri semen. Dalam bidang konstruksi, batu kapur dalam bentuk pasir digunakan untuk bangunan dan penimbunan jalan serta dalam bidang kesehatan sebagai sumber kalsium yang termasuk unsur esensial bagi makhluk hidup (PEDC Bandung, 1987; Oates, 1990).

Pada umumnya batu kapur mengandung campuran mineral kalsium karbonat (CaCO_3) dan kalsium oksida (CaO) sebagai komponen utama dan magnesium karbonat (MgCO_3) sebagai komponen sekunder serta besi, silika, alumina, sulfur dan komponen lainnya sebagai pengotor. Komposisi kimia batu kapur bervariasi berdasarkan daerah depositnya. Potgieter *et al.* (2003) berpendapat bahwa suatu batu kapur dapat dikatakan sebagai batu kapur yang bisa diolah menjadi kalsium apabila mengandung minimal 50 % kalsium karbonat.

Berdasarkan komposisi kimia yang menyusun mineral dan sifat fisik mineral maka batu kapur dapat dibedakan menjadi empat jenis yaitu kalsit, aragonit, vaterit dan dolomit (PDEC Bandung, 1987; Oates, 1990).

2.2 Kalsium Karbonat (CaCO_3)

Kalsium karbonat (CaCO_3) secara alami ditemukan sebagai mineral dan batu karang dalam bentuk aragonit, kalsit, kapur, batu kapur, marmer, dan travertin. Kalsium karbonat merupakan komoditi yang banyak digunakan dalam berbagai industri dan jumlah pemakaiannya semakin luas dari waktu ke waktu. Industri pemakai kalsium karbonat antara lain: industri cat, karet, plastik, pasta gigi, pigmen, kertas, zat tambahan pada makanan, dan sebagainya. Kalsium karbonat biasanya dipakai sebagai bahan pelapis (*coating*) dalam industry kertas dan juga sebagai bahan pengisi (*filler*), dan diperdagangkan dalam bentuk tepung halus (*powder*) berwarna putih dalam kemasan kantong 15-50 kg (Aziz, 1997; Xu, Han, Kim, and Cho, 2006).

Menurut Aziz (1997), berdasarkan pembuatannya kalsium karbonat diklasifikasikan ke dalam dua jenis, yaitu:

1. Kalsium karbonat giling (*Ground Calcium Carbonate-GCC*).

GCC diproduksi dengan cara sederhana yaitu dengan menggiling batu kapur, kalsit, ataupun kulit kerang sampai kehalusan tertentu.

2. Kalsium karbonat presipitat (*Precipitated Calcium Carbonate-PCC*).

PCC diproduksi melalui reaksi kimia dengan tahapan proses yang lebih panjang, meliputi: kalsinasi, hidrasi, karbonasi, filtrasi dan pengeringan.

Secara teknis PCC memiliki keistimewaan karakteristik dibandingkan dengan GCC. PCC memiliki ukuran partikel relatif seragam sehingga tingkat kehomogennannya lebih tinggi, sedangkan GCC mempunyai ukuran partikel yang bervariasi. Kralj *et al.* (1997) melaporkan bahwa karakterisasi PCC seperti ukuran partikel, bentuk dan jenis kristal sesuai dengan aplikasi yang diinginkan dapat diwujudkan melalui pengontrolan reaksi kimianya.

Kemudian Aziz (1997) menambahkan bahwa berdasarkan ukuran butirannya, PCC diklasifikasikan ke dalam dua jenis, yaitu PCC ringan (*light PCC*, ukuran butir $> 1 \mu\text{m}$), dan PCC koloidal (*Colloidal PCC*, ukuran butir $< 1 \mu\text{m}$). Perbedaan lain antara PCC dan GCC adalah bahwa GCC mempunyai sebaran ukuran partikel yang luas (ukuran partikel bervariasi), sedangkan PCC sebaran ukuran partikelnya sempit (ukuran partikelnya relatif seragam). Di samping itu, PCC memiliki tingkat *brightness* dan sifat tidak tembus cahaya (*opacity*) yang sangat baik (Laleg and Ain, 1996).

2.3 *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*

Aziz (1997) menyatakan bahwa *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)* merupakan kalsium karbonat yang sudah diolah melalui reaksi kimia. Produk hasil reaksi merupakan PCC dengan ukuran partikel kecil. PCC dapat diproduksi dalam bentuk larutan ataupun tepung tergantung pada permintaan konsumen. Bahan baku PCC adalah batu kapur kualitas tinggi dengan kadar CaO di atas 54 %, $\text{SiO}_2 < 0,2 \%$, $\text{MgO} < 0,3 \%$, $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 < 0,2 \%$.

Secara visual PCC berwarna putih bersih dan cerah. Jika masih ada pengotor seperti senyawa besi maka warna PCC menjadi putih kekuningan.

Beberapa bentuk kristal PCC (Elvers, 1991; Aziz, 1997 dan Ahn, 2005) dapat diklasifikasikan menjadi 3 kelompok berdasarkan bentuk partikelnya, yaitu:

1. Jenis gelondongan (*spindle type*)

Garis tengah butirannya 1-2 mm. PCC jenis ini digunakan untuk pengisi karet plastik, pembuatan kertas, dan aditif makanan. Sebagai bahan pengisi pada karet, jenis ini berfungsi memudahkan pengerjaan bahan yang diisinya. Pada industri kertas dapat menambah sifat tidak tembus cahaya (*opacity*), penyerapan tinta dan menurunkan sifat abrasif pada kertas. Sedangkan sebagai zat aditif makanan dapat menetralkan keasaman, mencegah oksidasi, dan memperbaiki sifat cetak. PCC jenis ini juga digunakan sebagai pasta gigi (John *et al.*, 1997).

2. Jenis kubus (*dice type*)

Garis tengah butirannya 0,3 μm . Biasanya jenis ini digunakan sebagai pewarna (putih) untuk pelapis kertas (*coated paper*) dan karton. Jenis ini dapat mempertahankan *rheology* pada proses pelapisan kertas dengan konsentrasi padatan suspensi yang tinggi, meningkatkan kecerahan dan sifat tak tembus cahaya serta memperbaiki sifat penyerapan tinta.

3. Jenis serat-serat halus memanjang tak teratur (*acicular type*)

Garis tengah butirannya 1-2 μm ke arah memanjang dan 0,2-0,3 μm ke arah melebar. Jenis ini dapat digunakan sebagai bahan dasar pewarna sekaligus sebagai pengisi, dapat menghasilkan kecerahan dan sifat tidak tembus cahaya tinggi pada kertas serta sifat permukaan mudah rusak (sifat kurang menguntungkan dari PCC) (Aziz, 1997). Umumnya jenis ini berfungsi sebagai dasar pewarna pada industri tekstil (Ahn *et al.*, 2005).

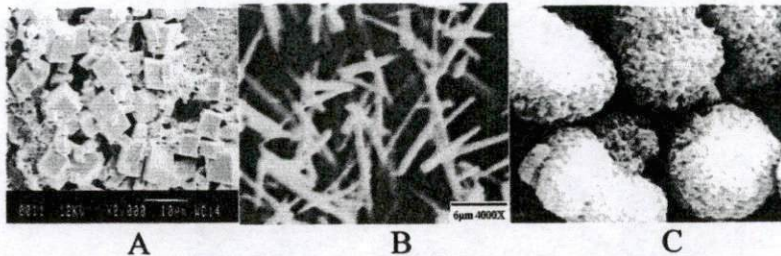
2.3.1 Aplikasi PCC

Han, Hadiko, Fuji and Takahashi (2006) menyatakan bahwa aplikasi partikel PCC pada dasarnya ditentukan oleh beberapa parameter yaitu morfologi partikel, struktur, ukuran, area permukaan, *brightness*, dan lain-lain. Satu parameter yang paling penting yaitu morfologi partikel. PCC merupakan suatu partikel yang sangat baik, yang disintesis dari batu kapur melalui proses kalsinasi, hidrasi, dan karbonasi atau proses larutan. Ukuran partikel yang dihasilkan sekitar 0,02-0,2 μm , dengan sebaran ukuran partikel yang sempit dan berwarna putih. Shen *et al.* (2007) melaporkan bahwa nanokristal kalsium karbonat digunakan secara luas pada karet, plastik, tinta print, kertas, pasta gigi, kosmetik, dan industri makanan, karena harganya yang murah serta sifat fisika dan kimia yang bagus.

PCC digunakan sebagai *filler* dan *pigmen coating* untuk produk kertas kualitas premium. PCC dapat mengurangi biaya pembuatan kertas dengan menggantikan fungsi serat kertas. Dalam industri plastik, PCC dapat meningkatkan kekuatan PVC terhadap tekanan. Dan dalam bidang kesehatan PCC digunakan dalam formula suplemen kalsium dosis tinggi serta dalam tablet multivitamin dan mineral.

2.3.2 Struktur Kristal

Bentuk kristal dari kalsium karbonat ada tiga macam yang dikenal juga dengan polimorfik yaitu kalsit (*rhombic-kalsit*), aragonit (*needle-like-aragonit*), dan vaterit (*speric-vaterit*). Ketiganya berbeda dalam bentuk morfologinya (Azis, 1997; Kralj *et al.*, 1997; Rui-Juan and Zhu, 2006), seperti terlihat pada Gambar 1



Gambar 1. *rhombic*-kalsit (A), *needle-like*-aragonit (B), *spheric*-vaterit (C)

a) Kalsit

Kalsit memiliki 4 struktur kristal yaitu *rhombohedral*, *scalenohedral*, *prismatic* dan *spherical* (Jamarun, 2005). Kalsit seringkali berbentuk hablur besar-besar dan bentuk sempurna dengan sistim trigonal. Kristal kalsit berupa kubus yang setiap sisi kubusnya selalu berbentuk bidang datar hasil belahan (*cleavage*). Kalsit pada suhu rendah selama penambahan CO₂ akan menghasilkan bentuk kristal rombohedral, sedangkan pada suhu tinggi akan menghasilkan bentuk kristal skalenohedral. Kalsit adalah bentuk kristal yang paling stabil pada temperatur dan tekanan kamar dan mudah disintesis sehingga secara umum bentuk kristal PCC adalah kalsit. Kalsit memiliki kekerasan 3 mohs, berat jenis 2,71 g/cm³, berwarna putih dan dapat berwarna abu-abu, merah, kuning, hijau, biru, violet dan coklat apabila mineral ini bercampur dengan pengotor. Kalsit jika dipanaskan akan terurai menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida. Kalsit juga dapat bereaksi dengan asam klorida pada pH 5,4. Kalsit merupakan kristal yang paling stabil terhadap suhu dan tekanan dan mudah disintesis (Ahn, 2002; Rujuan and Zhu, 2006).

b) Aragonit

Kristal aragonit kebanyakan berupa serat halus memanjang tidak teratur (*radiating acicular*) dan hanya sedikit ditemukan di alam. Aragonit mempunyai

BM 100 g/mol, berwarna putih tetapi dapat berwarna kuning, coklat atau abu-abu karena ketidakmurniannya, dengan berat jenis $2,7 \text{ g/cm}^3$ dan kekerasan 3,5-4 mohs. Aragonit merupakan kristal dengan sistem *ortho-rhombic* yang dapat diisolasi dengan bentuk jarum (*needle-like*) dan gabungannya (*cluster-needlelike*), pada suhu $470 \text{ }^\circ\text{C}$ dapat berubah menjadi kalsit. Penelitian baru-baru ini melaporkan bahwa aragonit yang berbentuk jarum dengan aspek ratio yang tinggi dan rata-rata *refractory index* yang tinggi, dapat meningkatkan sifat mekanik polimer, material karet dan kertas dibandingkan kalsit (PEDC Bandung, 1987).

c) Vaterit

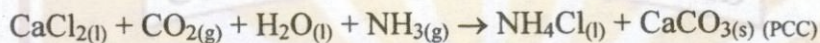
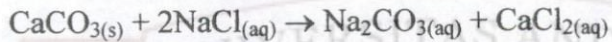
Vaterit merupakan bentuk kristal yang paling tidak stabil dan sewaktu-waktu bisa berubah menjadi bentuk kalsit atau aragonit. Kristal vaterit diyakini tidak dapat ditemukan di alam. Vaterit merupakan jenis polimorfik kalsium karbonat yang bersifat metastabil, dapat berubah menjadi kalsit dengan adanya media pelarut. Partikel vaterit tidak memperlihatkan morfologi yang bagus, dan biasanya mengalami agglomerasi menjadi partikel sferik (berbentuk bola) (Huang, Mao, and Luo, 2007). Vaterit mempunyai luas permukaan yang spesifik, kelarutan yang tinggi dan dispersi yang tinggi dan memiliki berat jenis yang kecil dibandingkan dengan bentuk kristal lainnya. Struktur vaterit pseudoheksagonal tak beraturan, berwarna putih pucat (*colourless*), mempunyai kekerasan 3 mohs, berat jenisnya $2,645 \text{ g/cm}^3$ (PEDC Bandung, 1987).

2.3.3 Pembuatan PCC

PCC dapat dibuat melalui tiga metoda, yaitu metoda *solway*, kaustik soda dan karbonasi (Oates, 1990; Aziz, 1997).

a) Metoda Solvay

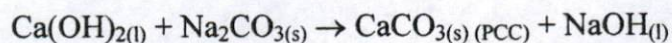
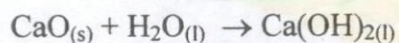
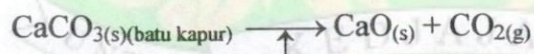
Oates (1990) menerangkan bahwa metoda Solvay merupakan metoda pembuatan PCC melalui reaksi antara batu kapur (CaCO_3) dengan garam natrium klorida (NaCl). CaCl_2 yang terbentuk direaksikan dengan gas CO_2 dan gas NH_3 dalam air sehingga terbentuk PCC, reaksinya sebagai berikut:



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.

b) Metoda Kaustik Soda

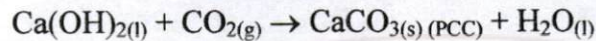
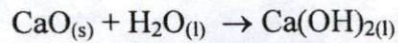
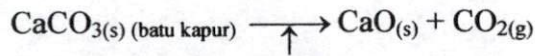
Kembali Oates (1990) menjelaskan bahwa metoda kaustik soda merupakan metoda pembuatan PCC dengan cara memanaskan batu kapur pada suhu tinggi, terurai menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida yang disebut dengan proses kalsinasi. Kalsium oksida kemudian dilarutkan dalam air membentuk kapur susu (suspensi $\text{Ca}(\text{OH})_2$). Kapur susu direaksikan dengan natrium karbonat sehingga menghasilkan produk PCC.



c) Metoda Karbonasi

Metoda karbonasi merupakan metoda pembuatan PCC dengan cara memanaskan batu kapur pada suhu tinggi, terurai menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida. Kalsium oksida kemudian dilarutkan dalam air membentuk

kapur susu (suspensi Ca(OH)_2). Kapur susu direaksikan dengan gas karbon dioksida sehingga menghasilkan produk PCC (Oates, 1990; Galasco, 2004).



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 sampingan dalam setiap tahap reaksi, seperti pemakaian kembali gas CO_2 hasil kalsinasi, dan pemakaian kembali H_2O hasil karbonasi. Dilaporkan oleh Ahn (2002) bahwa metoda karbonasi banyak dikembangkan karena dapat mengontrol bentuk dan ukuran partikel PCC yang dihasilkan dengan mengendalikan reaksi kimianya.

2.4 Metoda Analisis

2.4.1 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA/AAS) adalah suatu metoda analisis berdasarkan penyerapan energi sinar oleh atom-atom. Unsur yang dianalisis harus berbentuk atom netral dan ada sinar karakteristik yang berinteraksi dengan atom tersebut. Sifat sinar ditentukan oleh frekuensi dan panjang gelombangnya.

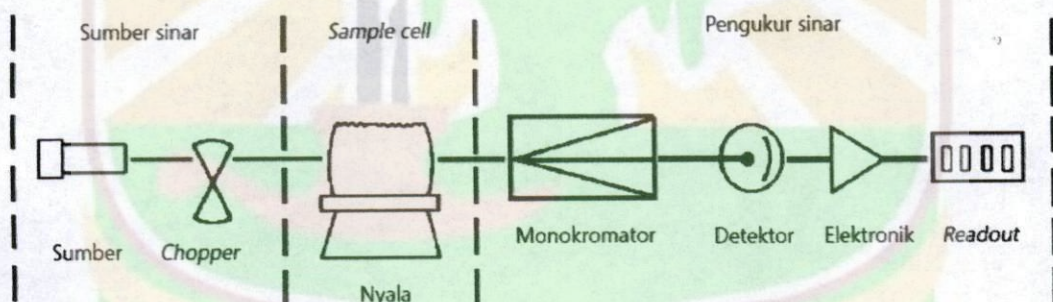
AAS digunakan untuk analisis kuantitatif logam dan telah diterapkan pada sekitar 60 unsur. Teknik ini merupakan alat utama dalam pengkajian yang meliputi logam runtuhan dalam lingkungan dan dalam sampel biologi. Spektrofotometri ini mempunyai kepekaan tinggi, relatif sederhana dan analisis

suatu logam tertentu dapat dilakukan dalam campuran dengan unsur-unsur lain tanpa dilakukan pemisahan.

Gangguan utama dalam serapan atom adalah efek matrik yang mempengaruhi proses pengatoman, baik jauhnya disosiasi menjadi atom-atom pada suatu temperatur tertentu maupun laju proses untuk menghasilkan uap atom yang diinginkan.

Skema berikut memperlihatkan komponen-komponen dari Spektrofotometer Serapan Atom. Komponen-komponennya terdiri dari sumber tenaga, pembakar, serta komponen lain yang masih bersifat konvensional seperti monokromator dan detektor (Day, 1986).

Skema gambar Spektrofotometer Serapan Atom :



Absorban merupakan istilah yang umum digunakan untuk karakterisasi absorpsi sinar dalam spektrofotometri absorpsi, dimana kuantitas berbanding lurus dengan konsentrasi. Hukum Beer's menjelaskan tentang hubungan ini:

$$A = a \cdot b \cdot c$$

dimana A adalah absorban, a adalah koefisien absorpsi yaitu suatu konstanta yang bersifat karakteristik untuk species pengabsorpsi pada panjang gelombang tertentu, b adalah panjang lajur yang ditempuh oleh sinar, dan c adalah

konsentrasi spesies pengabsorpsi. Persamaan ini secara sederhana menyatakan bahwa absorban berbanding lurus dengan konsentrasi.

2.4.2 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

SEM digunakan untuk menganalisa dan mempelajari topografi permukaan sampel dalam bentuk padat. Sampel padat yang dianalisa bersifat penghantar listrik (konduktor), jika bersifat isolator maka harus dilapisi dengan material penghantar listrik. SEM banyak digunakan untuk menganalisa material keramik, polimer, alloy, komposit, dan bahan biologis. SEM dapat digunakan untuk melihat dispersi dalam campuran, keretakan lapisan, batas-batas fasa dalam polipaduan yang tidak tercampur dan kerusakan yang timbul pada permukaan sampel (Sibilia, 1996). Selain itu, SEM juga dapat mengevaluasi permukaan *glass* yang berisikan polimer komposit dengan spesifik dan menyelidiki morfologi permukaan partikel katalis dan struktur internal yang diamati secara melintang (Emriadi, 2005). Keunggulannya adalah tingkat pembesaran yang sangat tinggi (300.000 kali).

Lebih dijelaskan oleh Sibilia (1996) yakni analisa sampel dilakukan dengan melewatkan seberkas elektron melalui kolom, kemudian difokuskan dengan lensa elektromagnetik menuju permukaan sampel. Sinar akan sampai pada seluruh permukaan sampel yang disetarakan dengan sinar katoda yang ditujukan pada layar. Permukaan sampel tersebut akan menangkap berkas sinar elektron dan mengemisikannya. Emisi elektron dari sampel digunakan untuk mengatur kecemerlangan/keterangan dari sinar katoda yang ditujukan sehingga akan membentuk bayangan. Perbedaan kehomogenan sinar ini akan

menghasilkan bayangan permukaan sampel. Kemudian detektor akan menterjemahkan pola emisi dan hasilnya tergambar pada layar komputer. Permukaan sampel yang dituju merupakan titik/noda kecil berdiameter 50-100 Å. Bentuk permukaan yang berbeda akan menghasilkan pantulan elektron yang berbeda pula. Elektron itulah yang membentuk gambar dari permukaan sampel yang kemudian diperlihatkan pada layar dekoder. Dengan SEM dapat dilihat mikrostruktur dan kehomogenan dari gel yang terbentuk (Sibilia, 1996).

2.4.3 X-Ray Powder Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom-atom, molekul atau ion dalam suatu material kristalin, sehingga akan diketahui struktur, orientasi, dan ukuran kristal. Dari analisa ini akan diketahui sifat fisika dari suatu material padat seperti polimer, keramik, dan logam.

Analisis XRD berdasarkan kepada pengukuran transmisi dan difraksi dari sinar X yang dilewatkan pada sampel padat (Emriadi, 2005). Sinar X dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar X (Mackay *et al.*, 2000). Hamburan sinar ini akan didifraksikan pada sudut tertentu (θ) sehingga dapat diketahui panjang gelombang sinar X (λ) dan jarak antar bidang yang berdekatan (d).

Beberapa kegunaan dari difraksi sinar X adalah:

1. Mendapatkan informasi, komposisi dan keadaan material polikristalin.

2. Dapat mengidentifikasi suatu material yang belum diketahui berdasarkan puncak-puncak kristalin.
3. Dapat menentukan ukuran kristalin, derajat kristalinitas dan konstanta kisi kristalografi secara tepat.
4. Dapat digunakan untuk mempelajari keadaan mikrokristalin dan padatan amorf.

XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antar bidang dalam kristalnya. Dasarnya hukum *Bragg* dengan persamaan:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

dimana, n = orde difraksi (bilangan bulat)

λ = panjang gelombang sinar yang sefasa

d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang hambur

θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Persamaan ini memberikan hubungan jarak antara bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Setelah diketahui ketiga variabel di atas maka detektor akan mempolakannya pada plat film, dari pola inilah dapat ditentukan bentuk kristal suatu material (Weller, 1994).

III. METODA PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari sampai Juni 2010 di Laboratorium Elektrokimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Andalas. Analisis kuantitatif sampel dan produk dengan AAS dilakukan di Laboratorium Baristand Padang. Karakterisasi hasil penelitian dengan SEM dan XRD di Institut Teknologi Bandung (ITB).

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah *jaw crusher*, millmini, ayakan, lumpang, alu, desikator, gelas piala, gelas ukur, erlemeyer biasa, erlenmeyer vakum, corong, batang pengaduk, spatula, buret, termometer, kaca arloji, *hot plate stirrer*, *magnetic bar*, pinset, statis, klem, neraca analitik, kertas saring, kertas pH universal, labu semprot, oven, AAS, SEM, dan XRD. Sedangkan bahan yang digunakan adalah sampel batu kapur alam, larutan HCl 2 M, larutan NaOH 2 M, dan akuades.

3.2.2 Pengambilan Sampel dan Perlakuan Awal Sampel

Sampel diambil dari daerah Halaban Kabupaten 50 Kota Provinsi Sumbar. Sampel (batu kapur alam) yang berukuran lebih kurang sebesar kepalan tangan dipecah dengan menggunakan *jaw crusher* sampai ukurannya sebesar ± 2 cm, kemudian digiling dengan menggunakan millmini sampai berbentuk powder, lalu

diayak dengan menggunakan ayakan ukuran partikel lolos 90 μm . Kemudian sampel disiapkan untuk analisis kuantitatif dengan AAS untuk mengetahui komposisi kimianya. Penyiapan sampel dan produk untuk pengukuran AAS dilakukan dengan destruksi basah.

3.2.3 Proses Pembuatan PCC

3.2.3.1 Penentuan Volume Larutan HCl 2 M dan NaOH 2 M sebagai Penelitian Awal

Sampel batu kapur yang sudah berbentuk *powder* ditimbang sebanyak \pm 2,5 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer vakum (dimana di mulut vakumnya sudah dipasangi slang karet sepanjang \pm 10 cm dan disambung dengan batangan kaca \pm 10 cm), setelah itu di atas erlenmeyer tersebut dipasangkan buret yang kemudian diisi dengan larutan HCl 2 M. Kemudian ke dalam erlenmeyer yang lain dimasukkan larutan NaOH 2 M sebagai larutan penampung gas CO_2 yang akan dihasilkan. Batang kaca hasil sambungan dari mulut erlenmeyer vakum tadi dimasukan ke dalam erlenmeyer yang satunya lagi sampai ujungnya tercelup ke dalam larutan NaOH penampung tersebut (Lampiran 12).

Setelah setingan alat selesai, larutan HCl dari dalam buret diturunkan secara perlahan (1 mL/menit) dengan variasi volume 25, 30, 35, dan 40 mL sambil diaduk dengan *stirrer* selama 60 menit dengan kecepatan 700 rpm. Gas CO_2 yang dihasilkan dari reaksi dialirkan ke dalam larutan NaOH (variasi volume NaOH-nya 25, 30, 35, dan 40 mL) sambil diaduk dengan *stirrer* selama 60 menit dengan kecepatan 300 rpm, larutan ini disebut larutan B lalu dicek pH larutannya (pH B). Larutan hasil pelarutan batu kapur dalam erlenmeyer vakum disaring

dan diambil filtratnya sebagai larutan A dan dicek pH larutannya (pH A), sedangkan residu dalam kertas saring dikeringkan dalam oven kemudian didinginkan dan ditimbang untuk mengetahui persentase kelarutan batu kapur dalam HCl. Kemudian kedua larutan (A dan B) tersebut dicampurkan sambil diaduk dengan *stirrer* dengan kecepatan 700 rpm selama 30 menit pada suhu kamar. Suspensi CaCO_3 yang terbentuk disaring dan dicek pH filtrat campurannya (pH C). Pemilihan volume HCl dan NaOH yang akan digunakan untuk penelitian lanjutan adalah yang memberikan hasil atau kondisi optimum yang didasari atas pH C dan jumlah produk PCC yang dihasilkan.

3.2.3.2 Variasi Cara Pencampuran Larutan A dan B

Pencampuran larutan A dan B dilakukan dengan tiga cara, yaitu pencampuran langsung larutan B ke dalam larutan A dengan cepat, dan pencampuran dengan mengatur kecepatan penambahan (*addition rate*) larutan B dengan dua variasi kecepatan. Cara mengatur kecepatan penambahan ini adalah dengan memasukkan larutan B ke dalam buret, kemudian diturunkan secara perlahan dengan kecepatan 3 mL/menit dan 8 mL/menit. Proses pencampuran dilakukan pada suhu kamar. Dari ketiga cara pencampuran di atas, yang memberikan rendemen PCC tertinggi dipilih untuk digunakan pada penelitian selanjutnya yaitu penelitian pengaruh suhu pencampuran. Pembuatan larutan A dan larutan B sesuai dengan poin 3.2.3.1, sedangkan volume larutan HCl dan NaOH yang digunakan didasari atas data hasil penelitian awal tersebut.

3.2.3.3 Variasi Suhu Pencampuran Larutan A dan B

Variasi suhu pencampuran ada tiga yaitu pada suhu kamar ($\pm 30\text{ }^{\circ}\text{C}$), suhu 60 dan 90 $^{\circ}\text{C}$. Perlakuan untuk suhu 60 $^{\circ}\text{C}$ caranya adalah larutan A dipanaskan sampai suhu 60 $^{\circ}\text{C}$ kemudian ditambahkan kedalamnya larutan B sambil diaduk dengan *stirrer* dengan kecepatan 700 rpm selama 30 menit, dan selama itulah suhunya dijaga di $60\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$. Perlakuan yang sama dilakukan untuk suhu pencampuran 90 $^{\circ}\text{C}$, dan dijaga di $90\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.2.3.4 Penyaringan, Pencucian, dan Pengeringan Produk PCC

Pengambilan produk dari suspensi CaCO_3 yang terbentuk dilakukan dengan cara filterisasi dengan bantuan kertas saring. Kemudian produk dicuci dengan akuades sebanyak tiga kali, lalu dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 $^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam dan didinginkan dalam desikator, setelah dingin produk ditimbang dengan neraca analitik, sampai didapatkan berat konstan. Agregat/produk PCC sebelum dianalisis terlebih dahulu dihaluskan dengan bantuan alu dan lumpang, setelah itu dianalisis secara kuantitatif dengan AAS kemudian dikarakterisasi dengan SEM dan XRD. Filtrat hasil saringan suspensi disimpan sebagai produk sampingan yang nanti bisa dimanfaatkan untuk bidang perikanan ataupun dimurnikan untuk dijadikan garam dapur.

3.2.4 Karakterisasi Sampel dan Produk (PCC)

1. Analisis kuantitatif dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Untuk menentukan komposisi kimia sampel batu kapur dan produk PCC digunakan instrumen AAS yang terdapat di Laboratorium Baristand Padang.

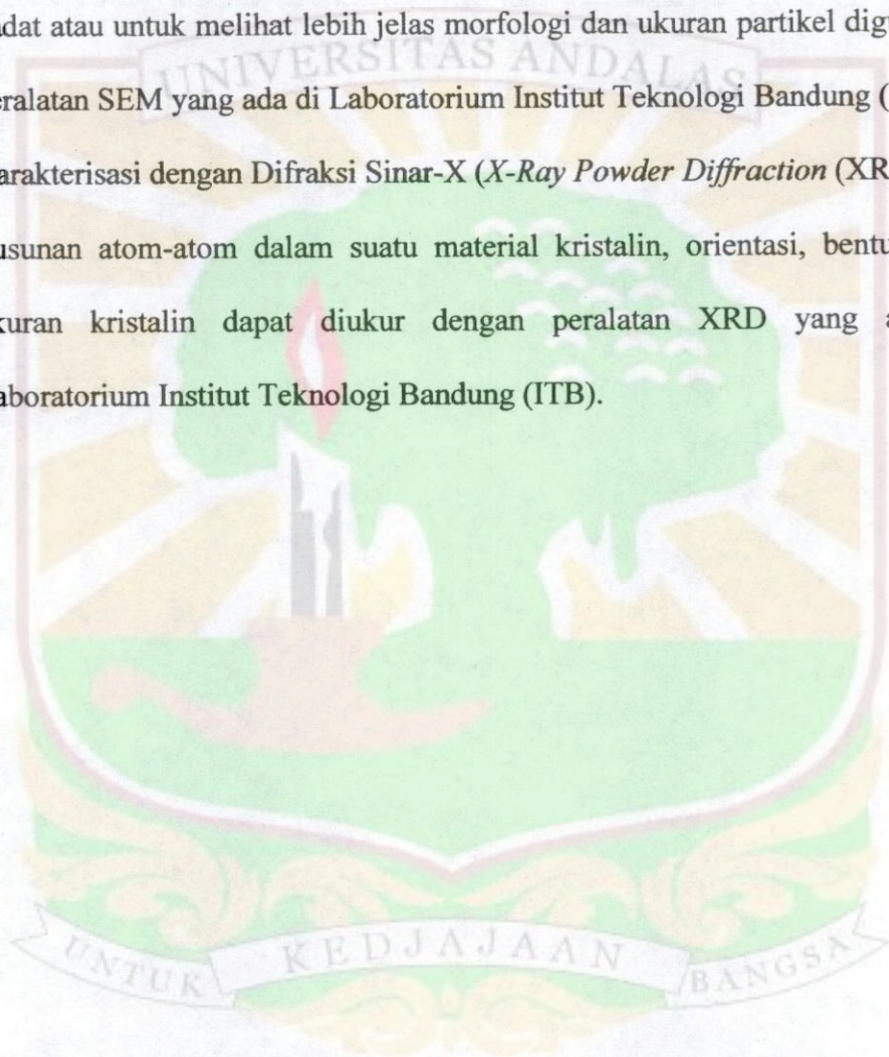
Hasil pengukurannya nanti berupa kadar unsur logam Ca, Mg, Fe, dan Al yang nantinya akan dikonversikan menjadi kadar senyawa garam atau oksidanya.

2. Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Untuk menganalisis dan mempelajari tentang topografi permukaan material padat atau untuk melihat lebih jelas morfologi dan ukuran partikel digunakan peralatan SEM yang ada di Laboratorium Institut Teknologi Bandung (ITB).

3. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (*X-Ray Powder Diffraction* (XRD))

Susunan atom-atom dalam suatu material kristalin, orientasi, bentuk, dan ukuran kristalin dapat diukur dengan peralatan XRD yang ada di Laboratorium Institut Teknologi Bandung (ITB).



IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Analisis AAS Sampel Batu Kapur dan Produk PCC

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah batu kapur alam yang berasal dari Daerah Halaban Kabupaten 50 Kota. Sampel setelah dihaluskan sampai berbentuk *powder* dianalisis komposisi kimianya. Komposisi kimia dari sampel batu kapur alam dan produk PCC-nya dianalisis secara spektroskopi dengan peralatan Spektrofotometer Serapan Atom/AAS. Analisis kuantitatif sampel batu kapur memberikan hasil sebagai berikut, dimana datanya sudah dikonversikan ke bentuk senyawanya (data perhitungan pada Lampiran 2):

Tabel 1. Komposisi kimia sampel batu kapur dan produk PCC

Senyawa	Persentase (%)	
	Sampel Batu Kapur	Produk PCC
CaCO ₃	90,98	85,25
MgCO ₃	2,03	0,14
Fe ₂ O ₃	0,06	0,04
Al ₂ O ₃	0,15	0,11

Sementara itu hasil uji laboratorium sampel batu kapur yang dikeluarkan oleh Dinas Energi Sumberdaya Mineral Prov. Sumbar adalah 98,13% untuk CaCO₃ (CaO = 54,95%), 6,38% untuk MgCO₃ (MgO = 3,05%), 0,16% untuk Fe₂O₃, dan tidak terdeteksi untuk pengukuran Al₂O₃ (Lampiran 3), dimana metoda analisis yang digunakan dalam pengukuran tersebut adalah volumetri. Kedua metoda analisis tersebut memberikan hasil yang cukup berbeda, hal ini wajar karena metoda yang digunakan berbeda. Untuk menentukan metoda mana yang memberikan hasil yang mendekati nilai sebenarnya maka perlu dilakukan validasi metoda, dimana validasi metoda analisis bertujuan untuk memastikan dan

mengkonfirmasi bahwa metoda analisis tersebut sudah sesuai untuk peruntukannya (Riyadi, 2009). Dalam penelitian ini tidak sampai dilakukan validasi metoda analisis karena tidak termasuk ke dalam tujuan penelitian, jadi hasil pengukuran komposisi ini hanya sebagai data pelengkap dan penunjang saja.

Dari data hasil analisis AAS terhadap PCC terlihat adanya pengurangan/penurunan kadar senyawa sekunder dan senyawa pengotor dalam produk seperti $MgCO_3$, Fe_2O_3 , dan Al_2O_3 dengan persentase pengurangan sebesar 93,10%; 33,33% dan 26,67% (Lampiran 7). Persentase pengurangan kadar tertinggi terjadi pada $MgCO_3$, hal ini disebabkan $MgCO_3$ mempunyai nilai Ksp yang besar yaitu $1,0 \times 10^{-5}$ sehingga sukar mengendap, sedangkan persentase pengurangan kadar yang terkecil terjadi pada Al_2O_3 karena harga Ksp $Al(OH)_3$ adalah $4,6 \times 10^{-33}$ sehingga mudah mengendap yang berakibat kepada ikut terendapnya bersama produk PCC.

4.2 Produk PCC dari Berbagai Variasi Volume Larutan HCl dan NaOH Penampung (Penelitian Awal)

Variasi volume larutan HCl 2 M sebagai pelarut batu kapur dan larutan NaOH 2 M sebagai larutan penampung gas CO_2 (hasil reaksi antara batu kapur dengan HCl) masing-masingnya adalah 25, 30, 35, dan 40 mL. Variasi volume ini ditentukan berdasarkan perhitungan stoikiometri dari tahapan reaksi pembentukan $CaCO_3$ (Lampiran 4). Berikut data hasil penelitian awal dalam mencari volume larutan HCl dan larutan NaOH yang akan digunakan dalam penelitian lanjutan, yang tertuang dalam Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pembuatan PCC dari berbagai variasi volume larutan HCl 2 M dan NaOH 2 M (penelitian awal).

No. Perlakuan	Volume (mL)		Massa (gram)			pH Larutan		
	HCl (2 M)	NaOH (2 M)	Sampel Batu Kapur	Sampel Terlarut	Produk PCC	A	B	C
1	25	25	2.5010	2.0565	2.3340	7	14	13
2	25	30	2.5006	2.1487	2.1682	7	14	14
3	25	35	2.5008	2.1362	2.5860	7	14	14
4	25	40	2.5006	2.1181	3.0196	7	14	14
5	30	25	2.5008	2.3433	2.0214	1	13	7
6	30	30	2.5004	2.3506	2.4418	1	14	13
7	30	35	2.5008	2.3735	2.7244	1	14	13
8	30	40	2.5010	2.3477	3.1572	1	14	14
9	35	25	2.5008	2.3852	1.5982	0	13	7
10	35	30	2.5009	2.3639	2.0263	0	14	11
11	35	35	2.5009	2.4031	2.4500	0	14	12
12	35	40	2.5005	2.3921	2.9266	0	14	13
13	40	25	2.5007	2.4075	0.9540	0	13	7
14	40	30	2.5008	2.3944	1.5900	0	14	7
15	40	35	2.5007	2.3944	1.8270	0	14	12
16	40	40	2.5007	2.3998	2.0628	0	14	13

Keterangan: A = larutan CaCl_2 : hasil reaksi antara batu kapur dengan HCl
 B = larutan Na_2CO_3 : hasil reaksi antara NaOH dengan gas CO_2
 C = larutan NaCl:filtrat dari reaksi antara larutan A dengan larutan B

Dari data penelitian awal maka dipilih data perlakuan nomor 5 sebagai volume larutan HCl dan NaOH yang akan digunakan dalam penelitian lanjutan, yakni 30 mL untuk HCl 2 M dan 25 mL untuk NaOH 2 M. Dasar pemilihan data tersebut adalah dilihat dari data pH filtrat C (hasil campuran A dan B) dan jumlah produk PCC yang dihasilkan pada pH tersebut. Sampel perlakuan nomor 5 memberikan nilai pH 7 untuk filtrat C-nya dan jumlah produk terbanyak diantara pH 7 lainnya, sehingga memberikan rendemen tertinggi sebesar 94,82% (Lampiran 5). Patokan pH 7 dipilih berdasarkan hasil percobaan pembuatan PCC dengan cara pencampuran yang sama tetapi menggunakan senyawa murni

(standar) yaitu CaCl_2 dan Na_2CO_3 p.a yang dihitung secara stoikiometris, dimana pH campurannya (filtrat C) adalah 7. Sampel pada perlakuan 9, 13, dan 14 walaupun pH C-nya 7 tetapi jumlah produk PCC yang dihasilkan lebih sedikit dari sampel perlakuan nomor 5, hal ini disebabkan oleh banyaknya larutan HCl yang berlebih dalam labu saat melarutkan batu kapur sehingga disaat pencampuran dengan pereaksi Na_2CO_3 (Larutan B) akan membuat terlarutnya kembali sebahagian PCC yang terbentuk, sehingga memberikan rendemen yang rendah. Sampel perlakuan nomor 4, 8, dan 12 walaupun memberikan jumlah produk yang jauh lebih banyak dari nomor 5, tetapi data pH campurannya (filtrat C) menunjukkan kondisi basa (pH 13-14), sehingga produk dicurigai terkontaminasi dengan endapan kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), akibat dari jumlah NaOH yang berlebih dalam labu yang berisi larutan B.

4.3 Proses Pelarutan Sampel dengan Larutan HCl 2 M

Hasil pelarutan batu kapur dengan larutan HCl disaring sehingga didapatkan filtrat dan residu. Filtrat merupakan larutan A (CaCl_2) dan residu adalah batu kapur yang tidak larut (tidak bereaksi dengan HCl). Jumlah massa masing-masing sampel batu kapur yang terlarut dapat ditentukan dari pengurangan massa sampel awal dengan massa sampel yang tidak larut (residu).

Tabel 3. Hasil pelarutan sampel dengan 30 mL larutan HCL 2 M

Kode Sampel	Massa (gram)		
	Sampel Batu Kapur	Residu	Sampel yg Terlarut
A	2,5007	0,1190	2,3817
B	2,5004	0,1166	2,3838
C	2,5010	0,1289	2,3721
D	2,5005	0,1447	2,3558
E	2,5009	0,1395	2,3614

Berdasarkan data Tabel 3 di atas maka persentase kelarutan sampel A, B, C, D, dan E masing-masingnya adalah 95,24%, 95,34%, 94,85%, 94,21%, dan 94,42%, sehingga rata-rata kelarutan sampel batu kapur dalam 30 mL larutan HCl 2 M adalah 94,81% (Lampiran 6).

4.4 Hasil Pembuatan PCC dengan Berbagai Variasi Perlakuan

Ada 5 variasi perlakuan dalam pembuatan PCC ini yaitu: (1) cara pencampuran larutan CaCl_2 (larutan A) dan larutan Na_2CO_3 (larutan B) secara langsung yang waktunya relatif cepat tanpa ada pengaturan laju penambahan larutan B (Sampel A); (2) pencampuran kedua larutan dengan cara mengatur laju penambahan (*addition rate*) larutan B 3 mL/menit (Sampel B); (3) perlakuannya sama dengan no. 2 tetapi dengan laju penambahan 8 mL/menit (Sampel C), dimana ketiga perlakuan tersebut dilakukan pada kondisi temperatur kamar; (4) pencampuran kedua larutan dilakukan pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ (Sampel D); dan (5) pencampuran pada suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ (Sampel E), dimana cara pencampuran yang dipakai untuk perlakuan no. 4 dan 5 adalah cara langsung dimana waktu penambahannya relatif cepat, tanpa mengatur laju penambahan larutan B (variasi no. 1), karena cara pencampuran ini lah yang memberikan nilai rendemen hasil tertinggi dibandingkan 2 cara pencampuran yang lainnya.

Berikut adalah data hasil pembuatan PCC dengan variasi cara dan suhu pencampuran larutan A dan larutan B yang menggunakan 30 mL larutan HCl 2 M sebagai pelarut batu kapur dan 25 mL larutan NaOH 2 M sebagai larutan penampung gas CO_2 :

Tabel 4. Hasil pembuatan PCC dengan variasi cara pencampuran larutan A dan larutan B pada suhu kamar.

Kode Sampel	Massa (gram)			Keterangan Perlakuan Sampel
	Sampel Batu Kapur	Batu Kapur Terlarut	Produk PCC	
A	2,5007	2,3817	1,5215	Cara pencampuran langsung & cepat
B	2,5004	2,3838	1,5148	<i>Addition rate</i> reagen Na_2CO_3 3 mL/menit
C	2,5010	2,3721	1,5089	<i>Addition rate</i> reagen Na_2CO_3 8 mL/menit

Keterangan: Ketiga sampel mempunyai pH A = 1, pH B = 11, dan pH C = 7.

Dari data di atas dapat dihitung nilai rendemen PCC yang dihasilkan adalah 70,22% untuk sintesis dengan cara pencampuran langsung yang waktunya relatif cepat antara larutan A dan B tanpa mengatur laju penambahan larutan Na_2CO_3 (larutan B), sedangkan untuk sintesis dengan mengatur laju penambahan larutan B yakni 3 mL/menit memberikan rendemen sebesar 69,85% dan 69,92% untuk laju penambahan 8 mL larutan B per menitnya (Lampiran 5).

Tabel 5. Hasil pembuatan PCC dengan variasi suhu pencampuran larutan A dan larutan B dengan cara pencampuran langsung.

Kode Sampel	Massa (gram)			Keterangan Perlakuan Sampel
	Sampel Batu Kapur	Batu Kapur Terlarut	Produk PCC	
A	2,5007	2,3817	1,5215	Pencampuran pd suhu kamar ($\pm 30^\circ\text{C}$)
D	2,5005	2,3558	1,5507	Pencampuran pd suhu 60°C
E	2,5009	2,3614	1,4432	Pencampuran pd suhu 90°C

Keterangan: Ketiga sampel mempunyai pH A = 1, pH B = 11, dan pH C = 7.

Tabel 5 merupakan data hasil percobaan dari variasi suhu pencampuran antara larutan A dan B, dimana pada suhu kamar ($\pm 30^\circ\text{C}$) memberikan rendemen sebesar 70,22%, sedangkan pada suhu 60°C nilai rendemennya adalah 72,35% dan pada suhu 90°C memberikan nilai rendemen sebesar 67,18% (Lampiran 5).

4.5 Pengaruh Cara Pencampuran Larutan Na_2CO_3 Terhadap Rendemen dan Morfologi Kristal PCC

4.5.1 Pengaruh Cara Pencampuran Larutan Na_2CO_3 Terhadap Rendemen

Variasi cara pencampuran larutan Na_2CO_3 (larutan B) ada 3 macam, yaitu pencampuran langsung dimana waktu pencampurannya relatif cepat, laju penambahan larutan B diatur menjadi 8 mL/menit dan yang ketiga adalah laju penambahan 3 mL/menit, yang dilakukan pada suhu kamar ($\pm 30^\circ\text{C}$) Jadi dengan kata lain, variasi cara pencampuran tersebut didasari atas laju penambahan larutan Na_2CO_3 (larutan B).

Dari data rendemen (Lampiran 5) terlihat bahwa semakin cepat penambahan larutan Na_2CO_3 (larutan B) semakin tinggi rendemen PCC yang dihasilkan. Semakin cepat penambahan pereaksi semakin cepat pula reaksi terjadi sehingga mempertinggi laju nukleasinya dan memperbanyak jumlah partikel yang terbentuk yang pada akhirnya berpengaruh kepada tingginya rendemen. Pencampuran dengan cara langsung dengan waktu penuangan/penambahan pereaksi Na_2CO_3 (larutan B) yang relatif cepat ke dalam larutan A memberikan nilai rendemen yang paling tinggi yaitu 70,22%.

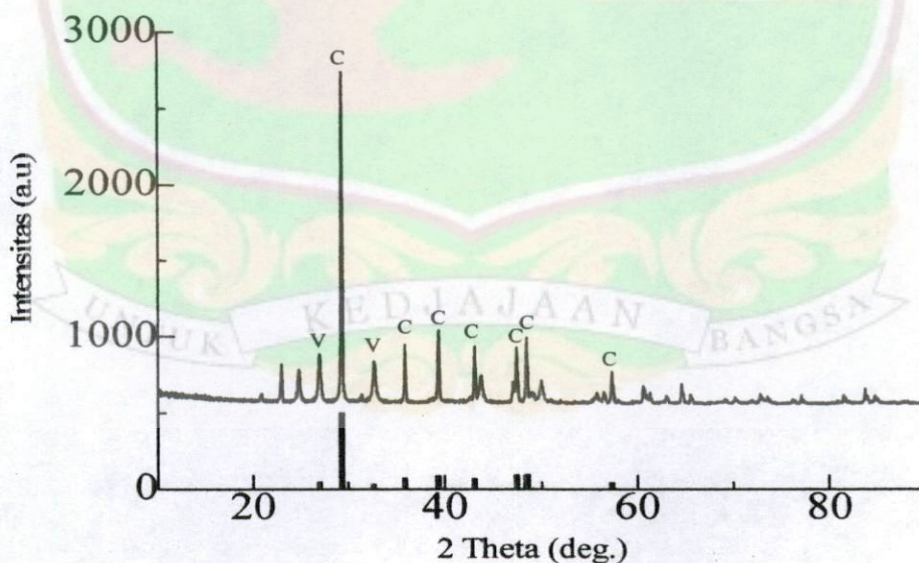
4.5.2 Pengaruh Cara Pencampuran Larutan Na_2CO_3 Terhadap Morfologi Kristal

1) Sampel A dengan Cara Pencampuran Langsung dan Cepat

XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom-atom dalam suatu material kristalin sehingga dapat diketahui struktur, orientasi dan ukuran kristal (Weller, 1994). Pola difraksi sinar-X juga dapat memberikan informasi mengenai

ukuran kristal. Ukuran kristal ini bisa diketahui dengan metoda *Scherrer*, dimana puncak yang tajam dengan lebar puncak yang sempit menandakan bahwa ukuran kristal besar, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristalnya kecil. Dengan mengukur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi maka diperoleh ukuran kristal sampel *powder*. Analisis kualitatif data difraksi sinar-X serbuk (XRD) tersebut dilakukan dengan pengolahan lebih lanjut terhadap data yang dihasilkan menggunakan *database PCPDFWIN (PDF, Powder Diffraction File)* yang dikeluarkan oleh JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) (Ismunandar, 2004). Ada tiga bentuk kristal dari kalsium karbonat yaitu kalsit, aragonit dan vaterit. Bentuk kristal ini dapat ditentukan berdasarkan indeks Miller (*hkl*) dan sudut difraksi (θ).

Hasil analisis XRD PCC yang dihasilkan dari pembuatan melalui cara pencampuran langsung (Sampel A) ditunjukkan pada Gambar 2.

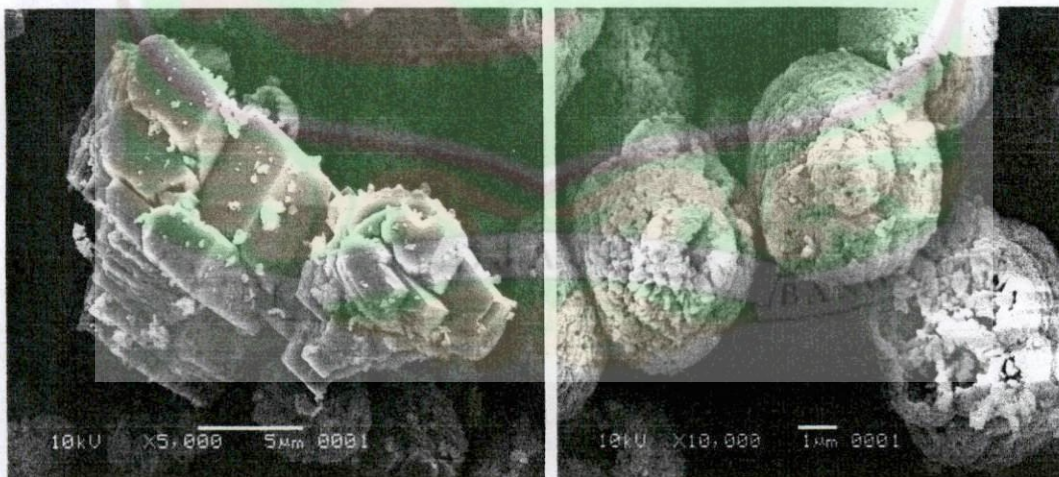


Gambar 2. Pola XRD PCC sampel A dengan cara pencampuran langsung dan cepat pada suhu kamar.

Dari pola XRD pada gambar di atas, terlihat adanya dua bentuk kristal PCC dari kode sampel A yaitu kalsit (C) dan vaterit (V). Merujuk pada data

JCPDS No. 81-2027 puncak utama yang tajam adalah kalsit dengan intensitas tinggi (100%) pada sudut difraksi (2θ) = $29,380^\circ$ dengan indeks miller (104), dan didukung oleh puncak lain yang lebih rendah dengan nilai 2θ = $48,465^\circ$ (28,8%); $39,385^\circ$ (28,4%); $47,480^\circ$ (24,3%); $43,120^\circ$ (23,7%); $35,945^\circ$ (20,6%) dan $57,380^\circ$ (17,7%). Sedangkan puncak yang intensitas 16,9% pada 2θ = $48,615^\circ$ berdasarkan data JCPDS No. 24-0030 maka bentuk kristalnya adalah vaterit dengan hkl (102), kemudian didukung dengan puncak lain yang lebih rendah dengan nilai 2θ = $32,700^\circ$ (13,5%) dan $27,055^\circ$ (12,8%). Bentuk kristal didominasi oleh kalsit yaitu sebesar 84,93 % dengan ukuran kristal PCC sebesar 40,607 nm (Lampiran 9), sedangkan vaterit sebesar 15,07% merupakan minoritas dalam produk (Lampiran 8).

SEM merupakan analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi morfologi permukaan sampel. Berikut adalah hasil analisis SEM produk PCC dari kode sampel A:



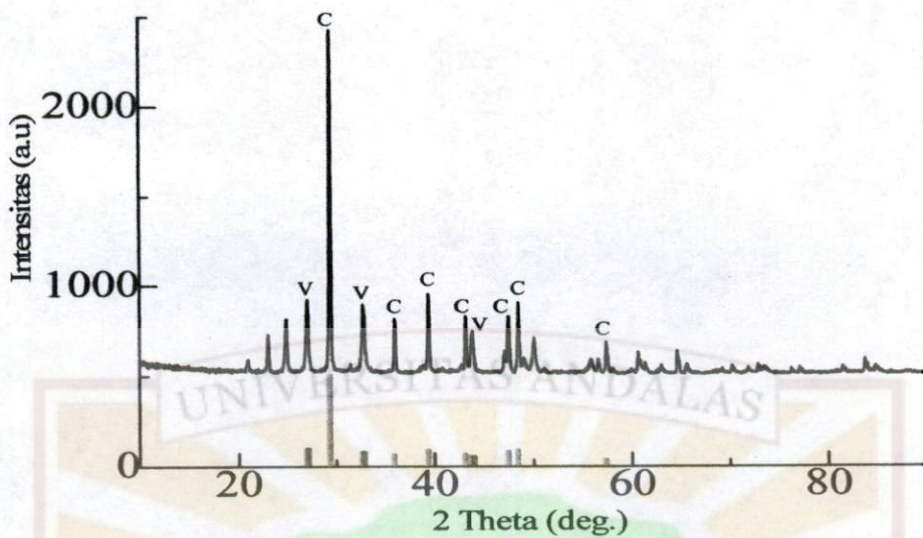
Gambar 3. Hasil SEM PCC sampel A dengan cara pencampuran langsung dan cepat pada suhu kamar.

Jamarun (2005) melaporkan bahwa kalsit mempunyai bentuk kristal yaitu *rhombohedral*, *scalenohedral*, *prismatic*, *spherical*, kubus, dan aragonit

Jamarun (2005) melaporkan bahwa kalsit mempunyai bentuk kristal yaitu *rhombohedral*, *scalenohedral*, *prismatic*, *spherical*, kubus, dan aragonit mempunyai bentuk kristal *cluster* dan *discrete needle-like*, sedangkan vaterit tidak stabil secara fisika, sehingga akan selalu berubah menjadi bentuk kalsit atau aragonit. Dari gambar di atas terlihat bahwa PCC sampel A terdiri dari dua bentuk kristal yaitu kalsit dan vaterit. Dengan perbesaran 5.000 kali terlihat kristal kalsit berbentuk *rhombohedral* tak beraturan yang bertumpuk-tumpuk dengan ukuran panjang partikel 2,1 – 2,37 μm dan lebar 0,79 – 1,84 μm . Sedangkan kristal vateritnya berbentuk *spherical* atau berbentuk bola dengan ukuran panjang partikel berkisar 5 – 5,67 μm dan lebar 4,87 – 5,53 μm dengan perbesaran 10.000 kali (Lampiran 10).

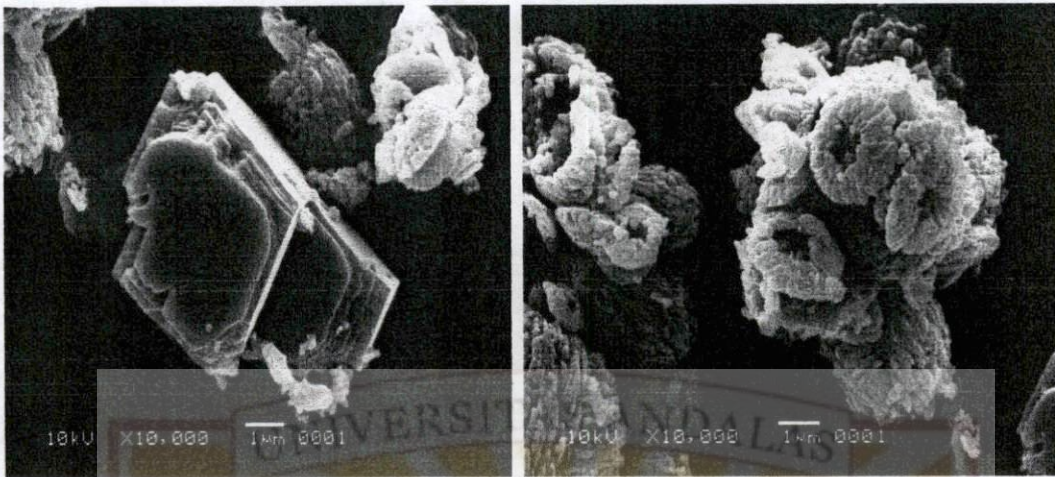
2) Sampel B dengan Cara Pencampuran Melalui Pengaturan Laju Penambahan Reagen 3 mL/menit

Pola difraksi dari sampel B ditunjukkan pada Gambar 4. Puncak difraksi maksimum terdapat pada sudut $2\theta = 29,385^\circ$ dengan merujuk kepada JCPDS No. 81-2027 maka nilai hklnya adalah (104). Puncak-puncak lain yang mendukung berada pada sudut $2\theta = 48,500^\circ$ (33,2%); $39,400^\circ$ (30,0%); $47,495^\circ$ (25,5%); $43,145^\circ$ (22,1%); $35,939^\circ$ (17,1%) dan $57,400^\circ$ (15,1%). Sesuai dengan data pada JCPDS No. 72-0506, maka dalam produk juga terdapat bentuk vaterit pada sudut $2\theta 32,685^\circ$ dengan hkl (102) yang intensitasnya sebesar 19,2%. Puncak-puncak lain muncul pada sudut $2\theta 27,025^\circ$ (18,6%) dan $43,875^\circ$ (15,7%). Dari data di atas terlihat bahwa produk PCC dari sampel B didominasi oleh kalsit sebesar 81,96 % dengan ukuran kristal PCC sebesar 50,760 nm (Lampiran 9), sedangkan bentuk kristal minoritas adalah vaterit sebesar 18,04% (Lampiran 8).



Gambar 4. Pola XRD PCC sampel B dengan laju penambahan 3 mL/menit pada suhu kamar.

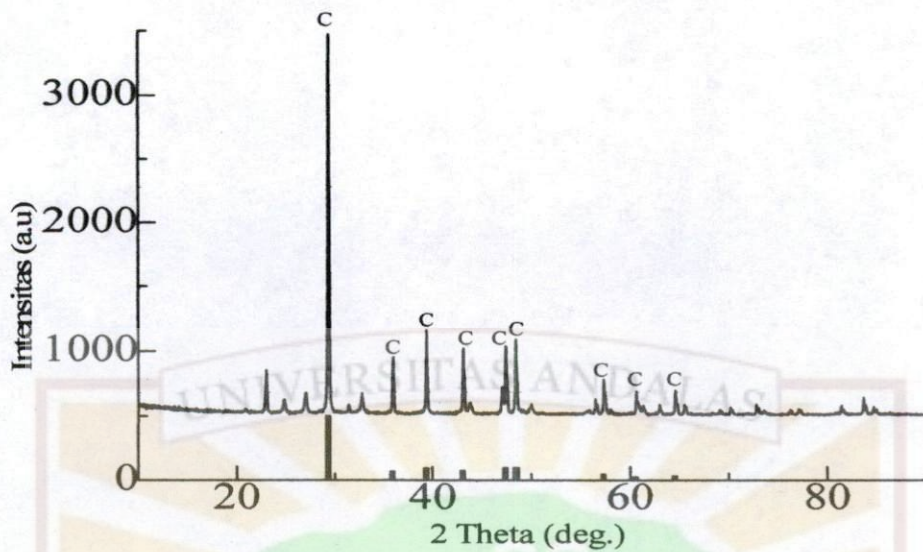
Hasil analisis SEM untuk produk PCC dari kode sampel B terlihat pada Gambar 5. Dari gambar terlihat bahwa kristal kalsitnya berbentuk *rhombohedral* tak beraturan yang bertumpuk-tumpuk dengan ukuran partikel panjang 1,84 – 3,67 μm dan lebar 1,45 – 2,17 μm . Vaterit dengan ukuran panjang partikel 4 – 6,67 μm dan lebar 3 – 5,33 μm berupa gumpalan yang tersusun dari lempengan-lempengan pipih yang berbentuk lingkaran, sedangkan pada pengamatan satu partikel *spheric* pada perbesaran 5.000 kali didapatkan panjang partikelnya 0,66 μm dengan lebar 0,66 μm .



Gambar 5. Hasil SEM PCC sampel B dengan laju penambahan 3 mL/menit pada suhu kamar.

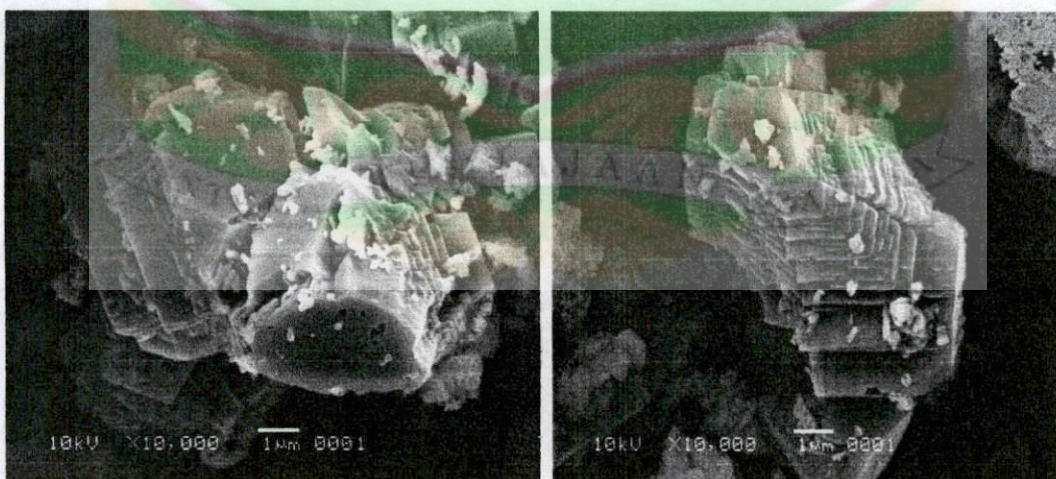
3) Sampel C dengan Cara Pencampuran Melalui Pengaturan Laju Penambahan Reagen 8 mL/menit

Pola difraksi dari PCC yang terbuat melalui *addition rate* 8 mL/menit ditunjukkan pada Gambar 6. Puncak difraksi maksimum (100%) terdapat pada sudut $2\theta = 29,375^\circ$ dengan merujuk kepada JCPDS No. 72-1937 maka nilai hklnya adalah (104). Puncak-puncak lain yang mendukung berada pada sudut $2\theta = 48,450^\circ$; $39,380^\circ$; $47,450^\circ$; $43,120^\circ$; $35,928^\circ$; $57,320^\circ$; $64,610^\circ$; $48,630^\circ$ dan $60,620^\circ$. Sesuai dengan data pada JCPDS No. 72-1937, maka bentuk kristal yang terbentuk adalah kalsit tanpa ada bentuk lain yang terdeteksi, dengan ukuran kristal sebesar 50,759 nm.



Gambar 6. Pola XRD PCC sampel C dengan laju penambahan 8 mL/menit pada suhu kamar.

Gambar 7 memperlihatkan hasil SEM dengan laju penambahan 8 mL/menit. Dari data XRD PCC ini hanya menghasilkan kristal kalsit dimana foto SEMnya memperlihatkan kalsit yang berbentuk *rhombohedral* yang sangat tidak beraturan dengan ukuran panjang 1,18 – 2,67 μm dan lebar partikelnya adalah 0,92 – 2 μm .



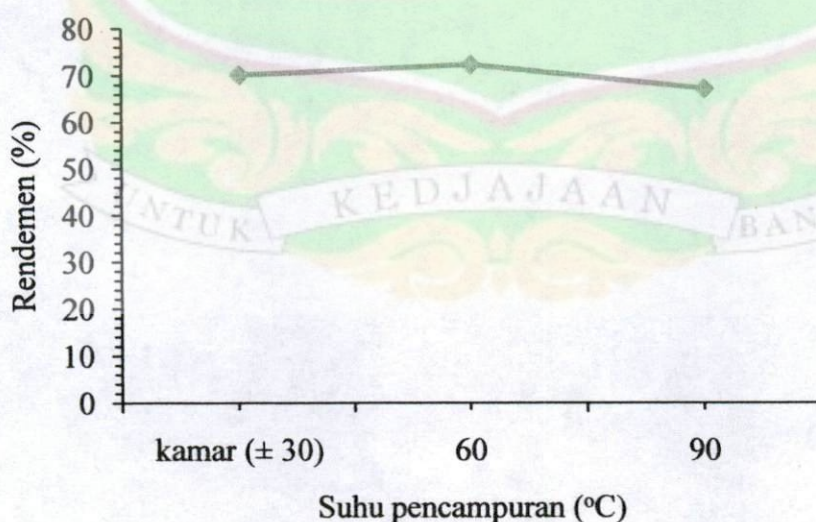
Gambar 7. Hasil SEM PCC sampel C dengan laju penambahan 8 mL/menit pada suhu kamar.

Hasil penelitian tentang variasi cara pencampuran atau laju penambahan pereaksi Na_2CO_3 sesuai dengan yang dilaporkan oleh Ahn *et al.* (2005) bahwa penurunan laju penambahan Na_2CO_3 mengakibatkan penurunan konsentrasi ion CO_3^{2-} sehingga laju nukleasinya lebih rendah dibandingkan laju pertumbuhan kristalnya yang berakibat kepada besarnya ukuran partikel. Semakin cepat penambahan atau pencampurannya semakin kecil ukuran partikelnya dan semakin homogen ukuran partikelnya.

4.6 Pengaruh Suhu Pencampuran Larutan Terhadap Rendemen dan Morfologi Kristal PCC

4.6.1 Pengaruh Suhu Pencampuran Larutan Terhadap Rendemen

Variasi suhu pencampuran antara larutan CaCl_2 (larutan A) dengan larutan Na_2CO_3 (larutan B) ada 3 macam, yaitu suhu pencampuran pada suhu kamar (± 30 °C), pada suhu 60 °C dan pada suhu 90 °C. Hubungan antara suhu pencampuran dengan rendemen produk dapat dilihat pada Gambar 8 berikut ini:



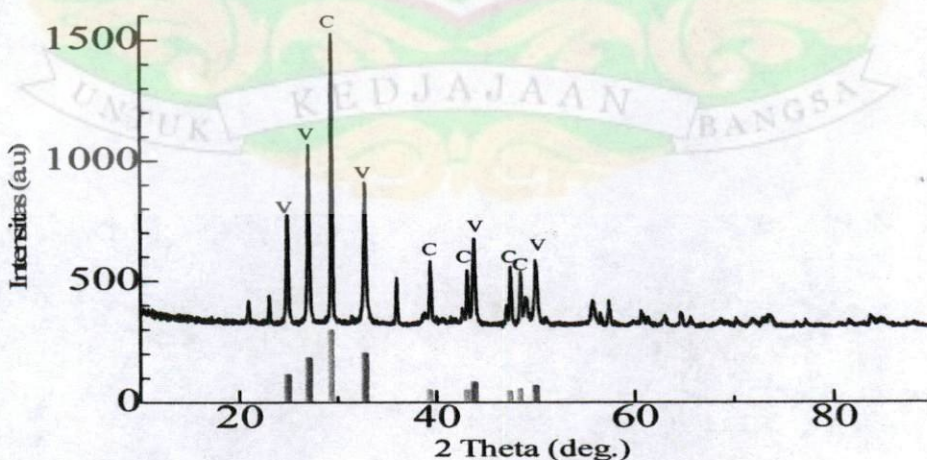
Gambar 8. Pengaruh suhu pencampuran terhadap rendemen PCC.

Dari gambar di atas terlihat bahwa pencampuran pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ memberikan nilai rendemen yang relatif tinggi. Hal ini sesuai dengan sifat kurva temperatur Arrhenius, dimana menurut hukum Arrhenius laju reaksi akan melonjak tajam pada temperatur optimum (Jamarun, 2005). Hal yang sama juga diungkapkan oleh Hermawan (2008) bahwa berdasarkan teori hasil kali kelarutan, jika suhu semakin bertambah maka kelarutan garam akan semakin bertambah sampai pada suhu tertentu (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.

4.6.2 Pengaruh Suhu Pencampuran Larutan Terhadap Morfologi Kristal

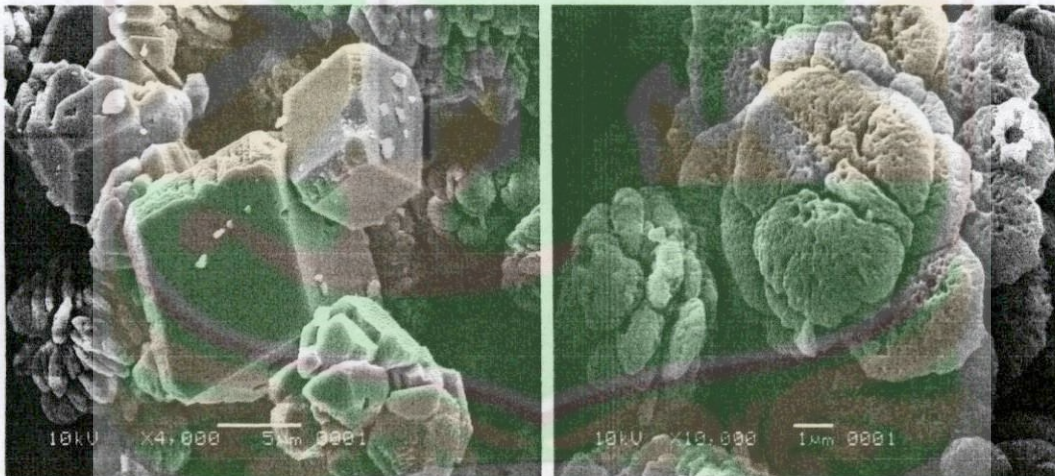
1) Sampel D dengan Cara Pencampuran Langsung pada Suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$

Gambar 9 memperlihatkan pola difraksi sinar-X dari PCC sampel D yang dibuat melalui pencampuran langsung antara larutan A dan B, dimana kondisi pencampurannya diatur pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Gambar 9. Pola XRD PCC sampel D dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Sampel D mempunyai bentuk kristal kalsit (C) dan vaterit (V). Berdasarkan data JCPDS No. 81-2027 puncak utama yang tajam adalah kalsit dengan intensitas tinggi (100%) pada $2\theta = 25,390^\circ$ dengan indeks miller (104), didukung oleh puncak lain yang lebih rendah dengan nilai $2\theta = 47,465^\circ$ (27,8%); $43,135^\circ$ (26,8%); $39,390^\circ$ (25,9%); dan $48,500^\circ$ (23,7%). Vaterit juga muncul dengan ditandai adanya puncak pada sudut difraksi $32,765^\circ$ pada hkl (102) dengan intensitas 53,9%, hal ini sesuai dengan data JCPDS No. 72-1616. Puncak lain yang lebih rendah juga terlihat pada $27,065^\circ$ (49,4%); $43,825^\circ$ (45%); $50,015^\circ$ (37%); dan $24,890^\circ$ (32,7%). Jumlah pembentukan kristal kalsit dan vaterit pada sampel D ini relatifimbang yakni 48,37% untuk kalsit dengan ukuran kristal 45,120 nm dan 51,63 % untuk vaterit (Lampiran 8).



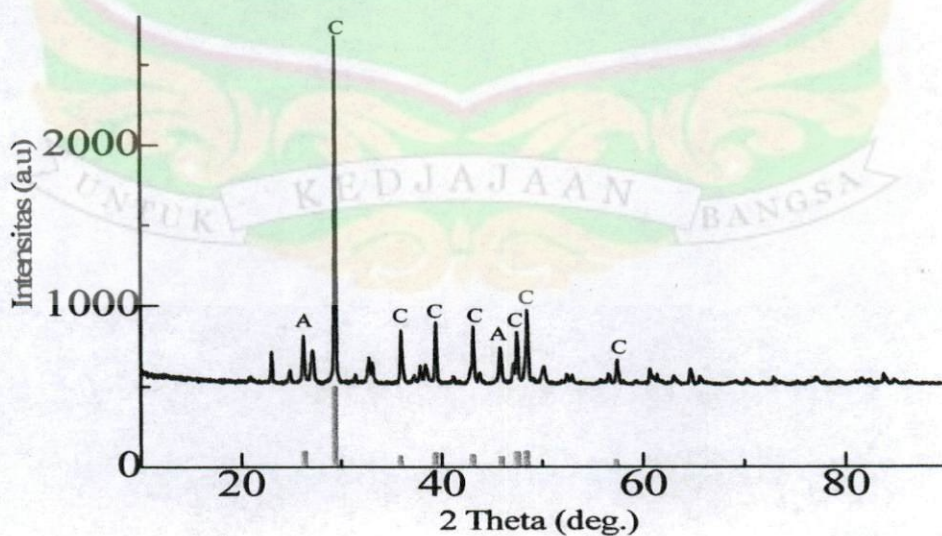
Gambar 10. Hasil SEM PCC sampel D dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 60°C .

Pada Gambar 10 terlihat adanya dua bentuk kristal yang terbentuk yaitu kalsit yang berbentuk *rhombohedral* yang bentuknya lebih teratur dan vaterit yang berbentuk *spherical* yang sedikit pipih dan bertumpuk-tumpuk. Ukuran partikel kalsit yang terbentuk berkisar antara $1,25 - 2,29 \mu\text{m}$ dengan lebar $1,25 - 2,29 \mu\text{m}$,

sedangkan vaterit mempunyai ukuran panjang 5 – 11,67 μm dan lebar 4 – 10,67 μm pada perbesaran 10.000 kali.

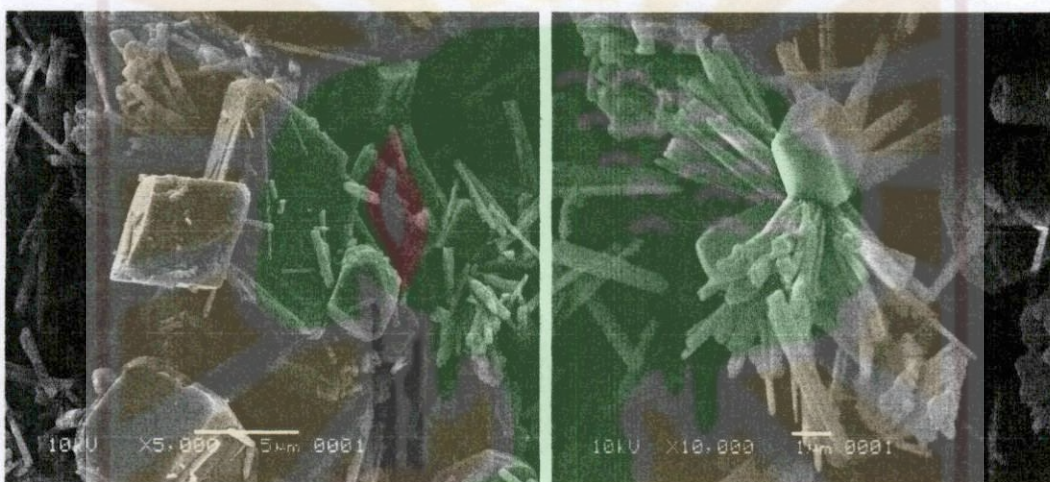
2) Sampel E dengan Cara Pencampuran Langsung pada Suhu 90°C

Produk dari sampel E yang diperlakukan pada kondisi suhu pencampuran 90°C mempunyai bentuk kristal kalsit (C) dan aragonit (A). Puncak utama yang tajam dengan intensitas tinggi (100%) pada $2\theta = 29,435^\circ$ dan didukung oleh puncak lain yang lebih rendah dengan nilai $2\theta = 48,535^\circ$ (34,6%); $47,495^\circ$ (24,3%); $43,160^\circ$ (24,3%); $39,420^\circ$ (21,7%); $35,985^\circ$ (19,3%); $47,635^\circ$ (17,5%); dan $57,425^\circ$ (13%) berdasarkan data JCPDS No. 83-0578 adalah kristal kalsit yang terukur pada hkl (104). Aragonit hanya mempunyai dua puncak kecil yaitu 13,7% pada $2\theta = 45,840^\circ$ dan 12,8% pada $26,205^\circ$ dengan berdasarkan pada kesesuaian data JCPDS No. 05-0453 dengan indeks miller (221). Bentuk kristal didominasi oleh kalsit yaitu sebesar 90,58% dengan ukuran kristal sebesar 45,125 nm, sedangkan vaterit sangat sedikit sekali yaitu 9,42 % (Lampiran 8).



Gambar 11. Pola XRD PCC sampel E dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 90 °C.

Hasil SEM Kristal PCC untuk sampel E terlihat pada Gambar 12. Dalam gambar terlihat dengan jelas adanya pembentukan kristal aragonit. Walaupun persentase aragonit dalam produk hanya 9,42% tapi bentuk aragonit *needle-like* dan *ortho-rhombic* dapat terlihat dengan jelas dengan ukuran $0,32 - 3,87 \mu\text{m}$ dengan lebar $0,06 - 0,33 \mu\text{m}$. Kristal kalsit yang mendominasi sebesar 90,58% dalam produk berbentuk rhombohedral dengan ukuran $1,45 - 4,86 \mu\text{m}$ dan lebarnya berkisar antara $1,32 - 3,70 \mu\text{m}$.



Gambar 12. Hasil SEM PCC sampel E dengan cara pencampuran langsung pada suhu pencampuran 90°C .

Dari ketiga variasi suhu di atas (suhu kamar, 60°C , dan 90°C) terdapat perbedaan morfologi partikel PCC, hal ini terjadi karena pengaruh suhu. Jika suhu semakin tinggi, larutan semakin panas, maka partikel-partikel yang ada dalam larutan akan mengalami vibrasi (vibrasi termal), sehingga mempengaruhi bentuk partikel PCC yang terbentuk atau terjadinya perubahan polimorf (Han *et al.*, 2005). Aragonit lebih mudah terbentuk pada suhu tinggi (Han *et al.*, 2005).

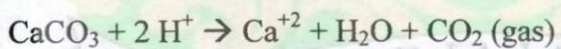
Dari hasil penelitian tentang pengaruh suhu terhadap morfologi kristal terlihat bahwa suhu mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel. Hal ini sesuai

dengan yang dilaporkan Jamarun (2005) bahwa semakin tinggi suhu nukleasi semakin besar ukuran partikelnya, karena pada suhu tinggi fraksi tumbukan antar partikel besar sehingga terbentuk spot-spot panas pada permukaan partikel yang menyebabkan peningkatan gaya afinitas partikel untuk beraglomerasi. Selain merubah ukuran partikel aglomerasi juga menyebabkan terbentuknya partikel-partikel heterogen (polidispersi), dimana polidispersi ini menyebabkan kehomogenan ukuran partikel menjadi rendah.

4.7 Uji Kualitatif Produk

Untuk memastikan bahwa produk yang dihasilkan adalah kalsium karbonat presipitat maka dilakukan uji laboratorium secara sederhana yaitu dengan *acid test* (uji asam). Larutan asam klorida (HCl) ditambahkan ke dalam gelas kimia yang berisi produk PCC, hasilnya langsung terbentuk buih atau gelembung-gelembung gas dalam jumlah yang relatif banyak. Dari hasil tes tersebut bisa dipastikan bahwa produk yang dihasilkan adalah kalsium karbonat presipitat (*Precipitated Calcium Carbonate-PCC*).

Reaksinya adalah sebagai berikut:



V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa suhu dan cara pencampuran berpengaruh terhadap rendemen dan morfologi kristal. Semakin cepat pencampuran/penambahan larutan Na_2CO_3 ke dalam larutan CaCl_2 semakin tinggi rendemen hasilnya. Pencampuran pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ merupakan suhu optimum karena memberikan rendemen yang relatif tinggi yaitu sebesar 72,35 %. Semakin cepat pencampuran pereaksi semakin kecil ukuran partikelnya dan semakin tinggi tingkat kehomogenan ukurannya. Semakin rendah suhu pencampuran maka semakin kecil ukuran partikelnya dan semakin tinggi pula kehomogenannya. Pencampuran pada suhu tinggi ($\pm 90\text{ }^\circ\text{C}$) akan menghasilkan kristal aragonit sedangkan pada suhu yang lebih rendah menghasilkan kalsit dan vaterit. Ukuran kristal yang dihasilkan dari perlakuan variasi cara pencampuran berkisar antara 40 – 51 nm, dan untuk perlakuan variasi suhu pencampuran didapatkan kristal dengan ukuran 40 – 45 nm.

5.1 Saran

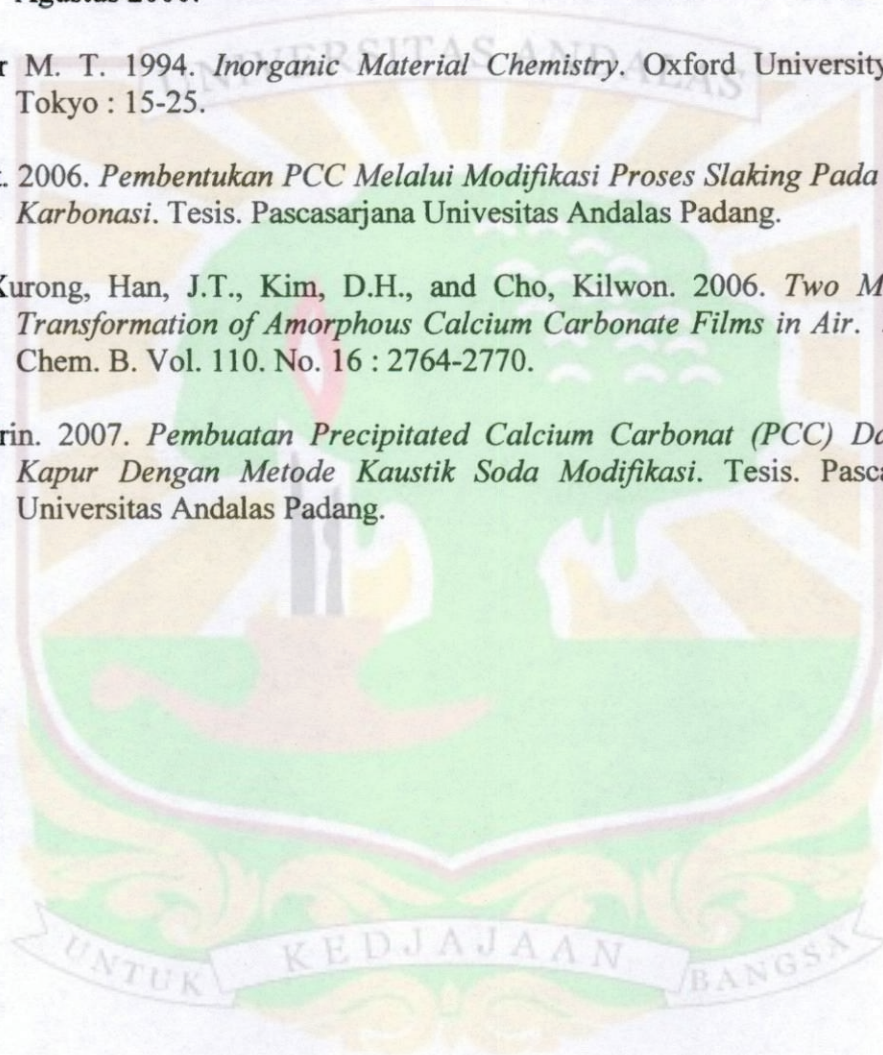
Untuk penelitian selanjutnya, disarankan untuk melakukan variasi: pH campuran (filtrat C), konsentrasi asam klorida (HCl) pelarut dan volume larutan NaOH penampung agar didapatkan kondisi optimum untuk menghasilkan kristal PCC yang lebih kecil, serta variasi laju penambahan dan suhu pencampuran yang lebih beragam. Hasil penelitian ini hendaknya bisa menjadi referensi bagi pelaku industri PCC serta menjadikannya metoda alternatif yang patut diperhitungkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahn, J.W., Kim, H.S., Kim, H., Yoon, S.H., Kim, J.S., and Sung, G.W. 2002. *Manufacture of Aragonite Precipitated Calcium Carbonate by A Carbonation Process Using Dust from A Stainless Steel Refining Sludge Plant in POSCO*. J. Ceramic Processing Research, Vol. 3 No. 2 : 62-65.
- Ahn, J.W., Kim, J.H., Park, H.S., Kim, J.A., Han, C., and Kim, H. 2005. *Synthesis of Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate in $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-NaOH}$ Reaction System*. Korean J. Chem Eng., 22(6) : 852-856.
- Azis, Muchtar. 1997. *Kalsium Karbonat: Karakteristik serta Penggunaannya dalam Industri*. Makalah Teknik Nomor 3 Tahun 6.
- Bowles, J.E. 1991. *Sifat-sifat Fisis dan Geoteknis Tanah*. Edisi Kedua. Jakarta. Erlangga.
- Brady, J.E and John, R.H. 1992. *Chemistry The Study of Matter and Its Changes*. John Wiley & Sons. New York.
- Day, R.A dan Underwood. 1986. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Erlangga : 421-428.
- Deng, Y. and Zhu, Z. 2004. *Synthesis of Needle-like Aragonite from Calcium Chloride and Sparingly Soluble Magnesium Carbonate*. Powder Technology. Vol. 140. No. 1-2 : 10-16.
- Elfina, Sri. 2006. *Pembuatan PCC dengan Penambahan HCl dari Batu Kapur Beberapa Daerah Di Sumatera Barat Menggunakan Metode Karbonasi*. Tesis. Pascasarjana Universitas Andalas Padang.
- Emriadi. 2005. *Material Polimer*. Padang : Andalas University Press : 26-29.
- Galasco, Al. 2004. *Precipitated Calcium Carbonate. Solvay Advanced Function Minerals*. Belgum.
- Han, Y.S., Hadiko, G., Fuji, M., and Takahashi, M. 2005. *Factors Affecting The Phase and Morphology of CaCO_3 Prepared by A Bubbling Method*. Journal of The European Ceramic Society Vol. 26 : 843-847.
- Hermawan, Budi. 2008. *Pengaruh Suhu pada Pembentukan PCC Melalui Metoda Kaustik Soda dengan Menggunakan Pelarut Asam Klorida*. Tesis. Pascasarjana Univesitas Andalas Padang.
- Huang, J.H, Mao, Z.F., and Luo, M.F. 2007. *Effect of Anionic Surfactant on Vaterite CaCO_3* . Materials Research Bulletin.

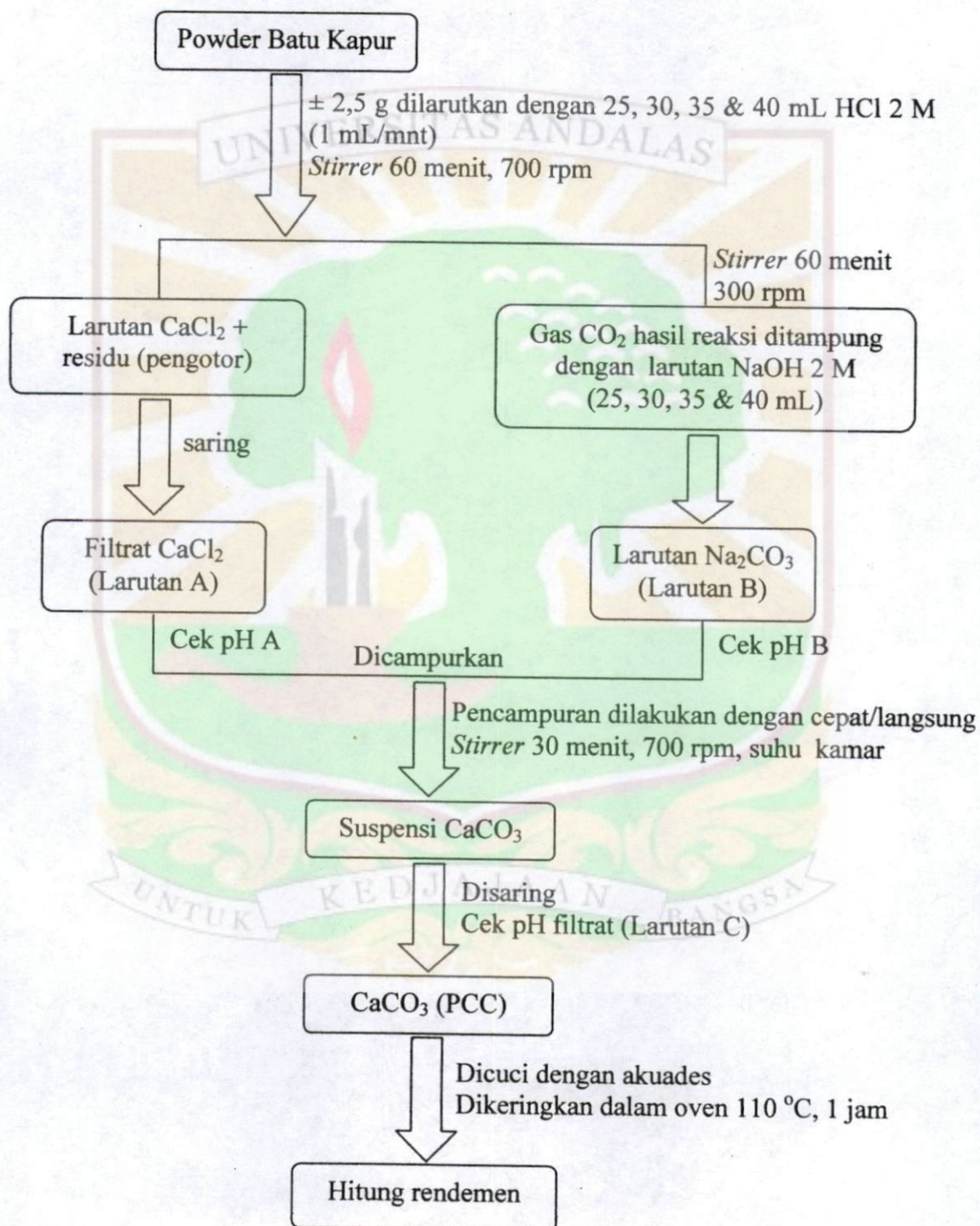
- Hu, Zeshan and Deng, Yulin. 2003. *Supersaturation Control in Aragonite Synthesis Using Sparingly Soluble Calcium Sulfate as Reactants*. Journal of Colloid and Interface Science 266 : 359-365.
- Ismunandar. 2004. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Departemen Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.
- Jamarun, Novesar, Rahmadanis, dan Arief, Syukri. 2005. *Pengaruh Temperatur Karbonasi Pada Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate*. Jurnal Kimia Andalas Vol. 11 No.1 : 1-5.
- Kawano J.N., Shimobaytshi, Kitamura, M., Kenji, S., and Aikawa. 2002. *Formation Process of Calcium Carbonate from Highly Supersaturated Solution*. Journal of Crystal Growth. Vol. 237-39(1) : 419-423.
- Keenan, Kleinfelter, Wood. 1989. *Kimia Untuk Universitas*. Edisi Keenam (Terjemahan). Jakarta. Erlangga : 328-335.
- Kralj, D., Kontrec, J., and Brecevic, Lj. 1997. *Precipitation of Calcium Carbonate from Calcium Hydroxide and Carbonic Acid Solutions*. J. Crystal Growth. 248.
- Laleg, M. and Ain, R.L. 1996. *Precipitated Calcium Carbonate (PCC) in Papers Containing Mechanical Pulp*. Alkaline Paper Advocate. Vol. 101.
- Mackay, K., and Handerson, W. 2000. *Introduction to Modern Inorganic Chemistry*. 6th Edition, Neson Thomas Ltd, London.
- Oates, T. 1990. *Lime and Limestone*. Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry (Ed. Barbara Elvers *et al.*). Vol. A.15. Germany : 317-345.
- PDEC Bandung. 1987. *Teknologi Bahan 2*. Jurusan Teknik Sipil ITB Bandung : 18-40.
- Potgieter, J.H., Potgieter, S.S., and D de Waal. 2003. *An Empirical Study of Factors Influencing Lime Slaking Part II: Lime Constituents and Water Composition*. Water SA. Vol. 29. No. 2.
- Riyadi, Wahyu. 2009. *Validasi Metoda Analisis*. Situs Kimia Indonesia. www.chem-is-try.org (20 Juli 2010).
- Riyanto. 1993. *Batu Gamping Bahan Galian Industri*. Direktorat Jenderal Pertambangan Umum. Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral.
- Rui-Juan Qi and Ying-Jie Zhu. 2006. *Microwave-Assisted Synthesis of Calcium Carbonate (Vaterite) of Various Morphologies in Water-Ethylene Glycol Mixed Solvent*. J. Phys. Chem. B Vol. 110 : 8302-8306.

- Shen, Yuhua *et al.* 2007. *Controlled Synthesis of Calcium Carbonate Nanocrystals with Multi-morphologies in Different Bicontinuous Microemulsions*. *Materials Science and Engineering A* Vol. 443 : 95–100.
- Sibilia, J.P, 1996. *A Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, VCH. USA.
- Waskitoaji, Wihatmoko. 2000. *Melihat Dunia Mikro dengan Mikroskop Elektron*. Puslitbang Kimia Terapan LIPI, Puspiptek Serpong, *Harian Kompas* 18 Agustus 2000.
- Weller M. T. 1994. *Inorganic Material Chemistry*. Oxford University Press, Tokyo : 15-25.
- Wiwit. 2006. *Pembentukan PCC Melalui Modifikasi Proses Slaking Pada Metode Karbonasi*. Tesis. Pascasarjana Univesitas Andalas Padang.
- Xu, Xurong, Han, J.T., Kim, D.H., and Cho, Kilwon. 2006. *Two Modes of Transformation of Amorphous Calcium Carbonate Films in Air*. *J. Phys. Chem. B*. Vol. 110. No. 16 : 2764-2770.
- Yulfitrin. 2007. *Pembuatan Precipitated Calcium Carbonat (PCC) Dari batu Kapur Dengan Metode Kaustik Soda Modifikasi*. Tesis. Pascasarjana Universitas Andalas Padang.



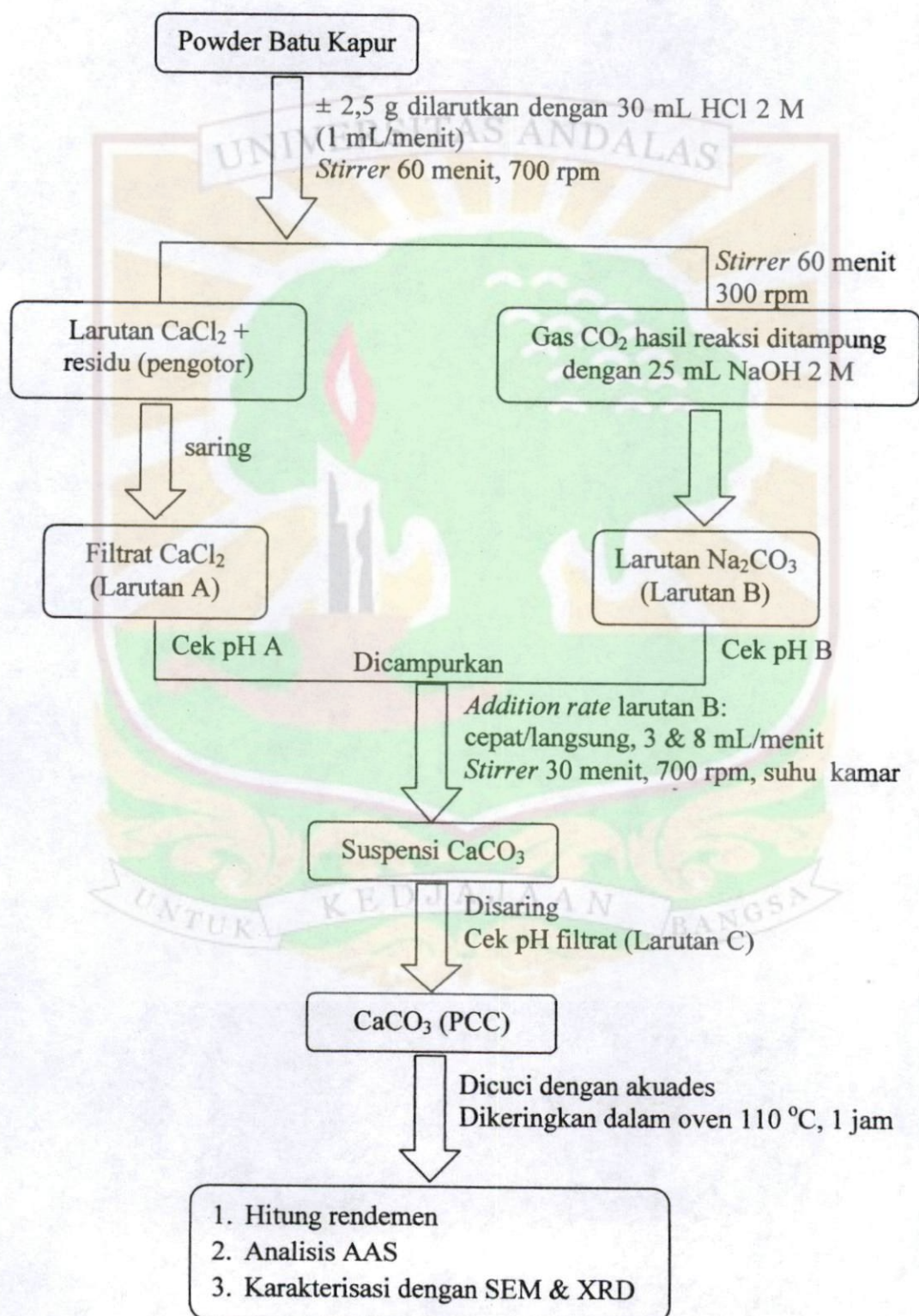
Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian

A. Penelitian Awal untuk Mencari Volume HCl dan NaOH Optimum



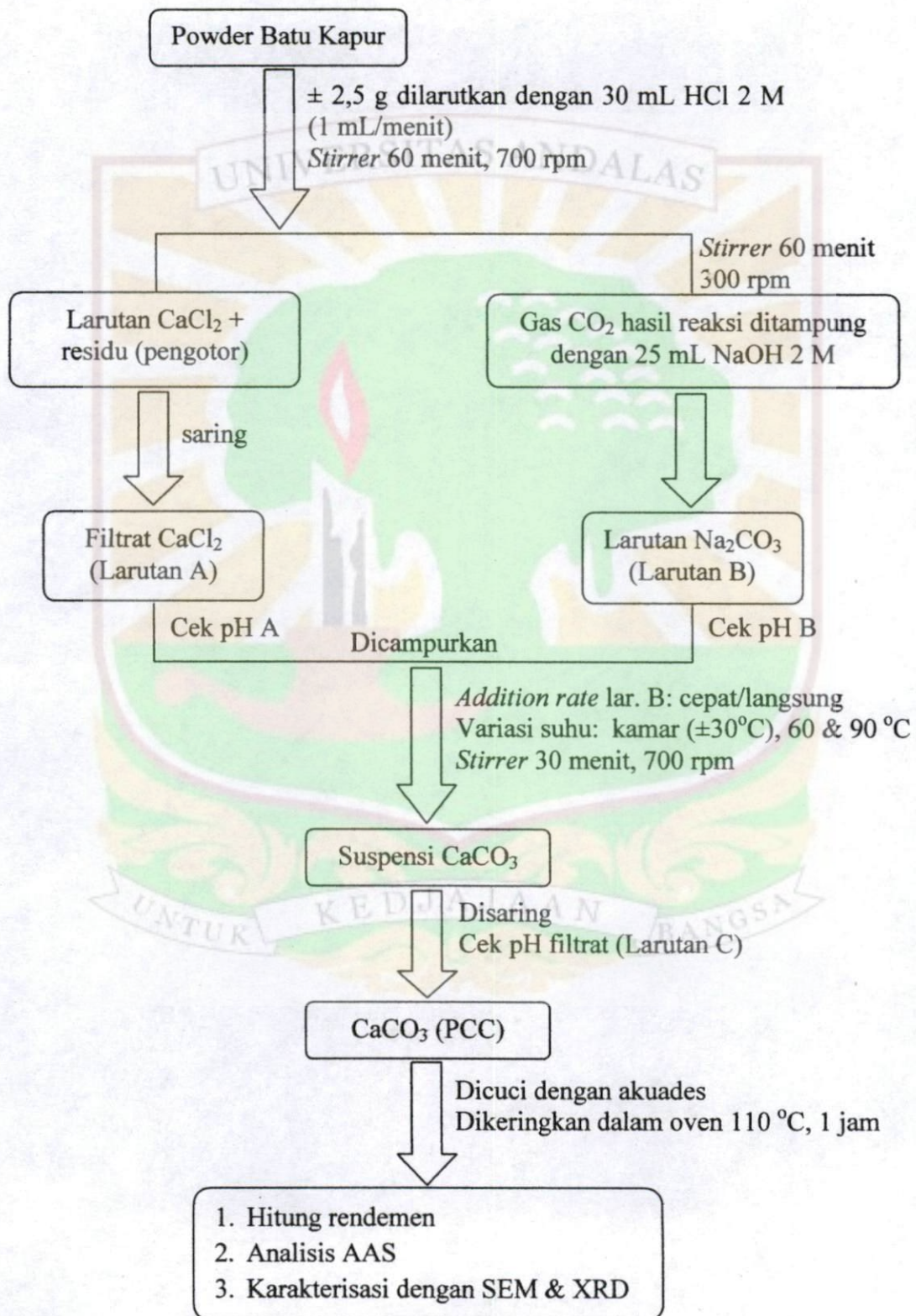
Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian

B. Pembuatan PCC dengan Variasi Cara Pencampuran



Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian

C. Pembuatan PCC dengan Variasi Suhu Pencampuran

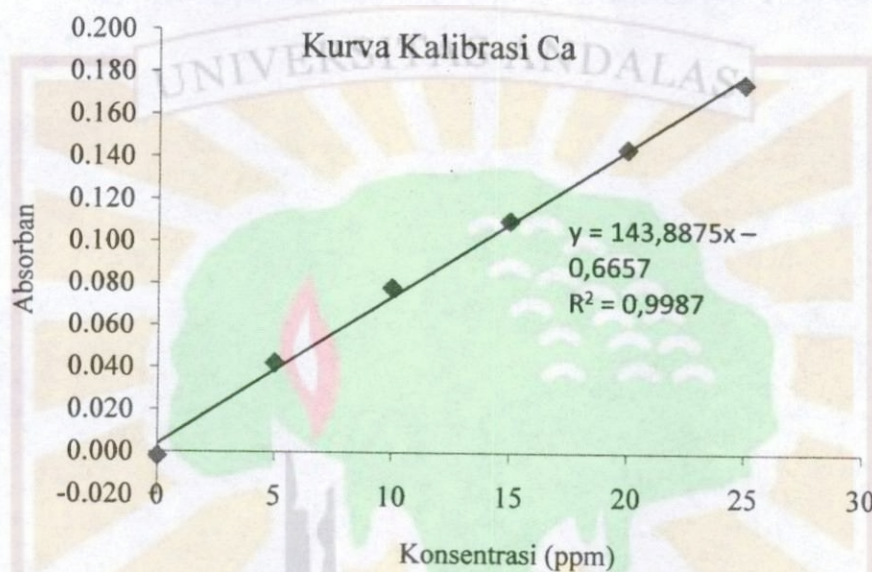


Lampiran 2. Perhitungan Kadar Senyawa

A. Hasil pengukuran AAS

1. Logam Ca

Persamaan regresi: $Y = 143,8875X - 0,6657$ $R^2 = 0,9987$



❖ Sampel

Massa sampel (c) = 0,2004 g

FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 14,5864 ppm

Pengenceran = 50

$$\text{Kadar Ca} = \frac{a \times b}{c} = \frac{(14,5864 \text{ ppm} \times 50) \times 100}{0,2004 \text{ g}}$$

$$= 363932,1357 \text{ ppm}$$

$$= 36,39 \%$$

❖ PCC

Massa sampel (c) = 0,2033 g

FP (b) = 100

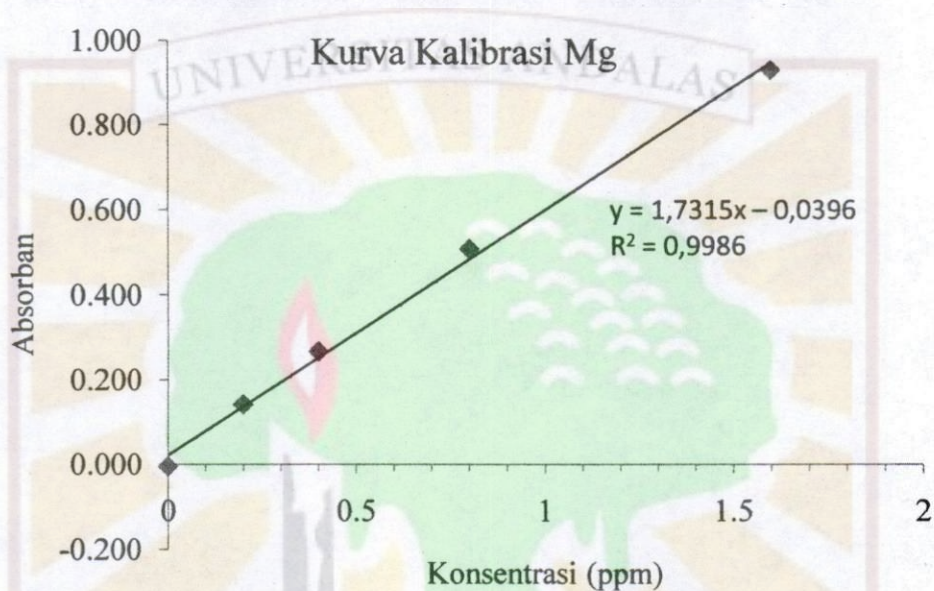
Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 13,8669 ppm

Pengenceran = 50

$$\begin{aligned} \text{Kadar Ca} &= \frac{a \times b}{c} = \frac{(13,8669 \text{ ppm} \times 50) \times 100}{0,2033 \text{ g}} \\ &= 341045,2533 \text{ ppm} \\ &= 34,10 \% \end{aligned}$$

2. Logam Mg

Persamaan regresi: $Y = 1,7315X - 0,0396$ $R^2 = 0,9986$



❖ Sampel

Massa sampel (c) = 0,2004 g

FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 0,2322 ppm

Pengenceran = 50

$$\text{Kadar Mg} = \frac{a \times b}{c} = \frac{(0,2322 \text{ ppm} \times 50) \times 100}{0,2004 \text{ g}}$$

$$= 5793,4132 \text{ ppm}$$

$$= 0,58 \%$$

❖ PCC

Massa sampel (c) = 0,2033 g

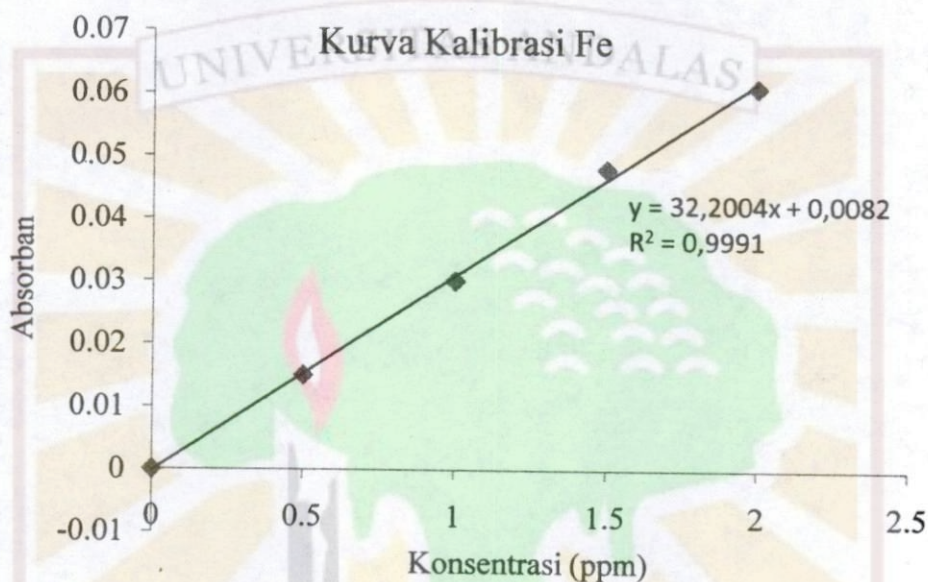
FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 0,8469 ppm

$$\begin{aligned} \text{Kadar Mg} &= \frac{a \times b}{c} = \frac{0,8469 \text{ ppm} \times 100}{0,2033 \text{ g}} \\ &= 416,5765 \text{ ppm} \\ &= 0,04 \% \end{aligned}$$

3. Logam Fe

Persamaan regresi: $Y = 32,2004X + 0,0082$ $R^2 = 0,9991$



❖ Sampel

Massa sampel (c) = 0,2004 g

FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 0,8454 ppm

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe} &= \frac{a \times b}{c} = \frac{0,8454 \text{ ppm} \times 100}{0,2004 \text{ g}} \\ &= 421,8563 \text{ ppm} \\ &= 0,04 \% \end{aligned}$$

❖ PCC

Massa sampel (c) = 0,2033 g

FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 0,5878 ppm

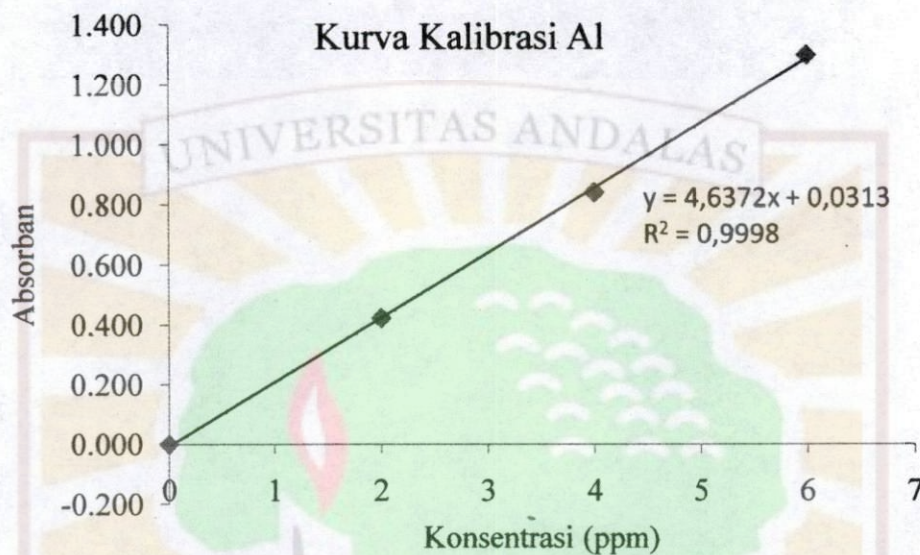
$$\text{Kadar Fe} = \frac{a \times b}{c} = \frac{0,5878 \text{ ppm} \times 100}{0,2033 \text{ g}}$$

$$= 289,1294 \text{ ppm}$$

$$= 0,03 \%$$

4. Logam Al

Persamaan regresi: $Y = 4,6372X + 0,0313$ $R^2 = 0,9998$



❖ Sampel

Massa sampel (c) = 0,2004 g

FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 1,5252 ppm

$$\text{Kadar Al} = \frac{a \times b}{c} = \frac{1,5252 \text{ ppm} \times 100}{0,2004 \text{ g}}$$

$$= 761,0778 \text{ ppm}$$

$$= 0,08 \%$$

❖ PCC

Massa sampel (c) = 0,2033 g

FP (b) = 100

Konsentrasi berdasarkan pers. regresi (a) = 1,1357 ppm

$$\text{Kadar Al} = \frac{a \times b}{c} = \frac{1,1357 \text{ ppm} \times 100}{0,2033 \text{ g}}$$

$$= 558,6326 \text{ ppm}$$

$$= 0,06 \%$$

B. Perhitungan kadar senyawa

1. Kadar CaCO_3

❖ Sampel

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{Mr \text{CaCO}_3}{Ar \text{Ca}} \times \% \text{Ca} = \frac{100}{40} \times 36,39 \% = 90,98 \%$$

❖ PCC

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{Mr \text{CaCO}_3}{Ar \text{Ca}} \times \% \text{Ca} = \frac{100}{40} \times 34,10 \% = 85,25 \%$$

2. Kadar MgCO_3

❖ Sampel

$$\% \text{MgCO}_3 = \frac{Mr \text{MgCO}_3}{Ar \text{Mg}} \times \% \text{Mg} = \frac{84}{24} \times 0,58 \% = 2,03 \%$$

❖ PCC

$$\% \text{MgCO}_3 = \frac{Mr \text{MgCO}_3}{Ar \text{Mg}} \times \% \text{Mg} = \frac{84}{24} \times 0,04 \% = 0,14 \%$$

3. Kadar Fe_2O_3

❖ Sampel

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{Mr \text{Fe}_2\text{O}_3}{2 \times Ar \text{Fe}} \times \% \text{Fe} = \frac{160}{112} \times 0,04 \% = 0,06 \%$$

❖ PCC

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{Mr \text{Fe}_2\text{O}_3}{2 \times Ar \text{Fe}} \times \% \text{Fe} = \frac{160}{112} \times 0,03 \% = 0,04 \%$$

4. Kadar Al_2O_3

❖ Sampel

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{Mr \text{Al}_2\text{O}_3}{2 \times Ar \text{Al}} \times \% \text{Al} = \frac{102}{54} \times 0,08 \% = 0,15 \%$$

❖ PCC

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{Mr \text{Al}_2\text{O}_3}{2 \times Ar \text{Al}} \times \% \text{Al} = \frac{102}{54} \times 0,06 \% = 0,11 \%$$

Lampiran 3. Data Hasil Uji Laboratorium Sampel pada DESDM Prov.

Sumbar



PEMERINTAH PROPINSI SUMATERA BARAT
DINAS ENERGI SUMBERDAYA MINERAL
 LABORATORIUM

Jalan Jhoni Anwar No. 85, Lapai, Padang - 25142

Fax : (0751) 51440

Telp : (0751) 54487

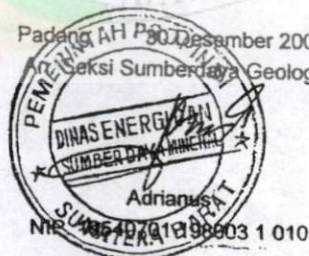
Nomor Lab : M. 20091262
 Perihal : Hasil Analisa Batuan
 Nama Pengirim : CV. Aikes Tanjung Mandiri
 Nama Contoh / Kode : Batu Kapur
 Lokasi Contoh : Halaban Kabupaten 50 Kota
 Koordinat :
 Penerimaan : 28 Desember 2009
 Selesai : 30 Desember 2009

HASIL ANALISIS

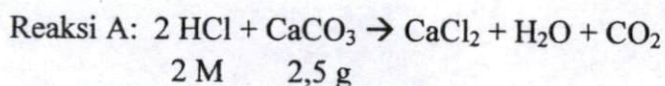
NO	METER	HASIL	SATUAN	METODA ANALISA
1	SiO ₂	1.00	%	Gravimetri
2	CaO	54.95	%	Volumetri
3	CaCO ₃	98.13	%	-
4	MgO	3.05	%	Volumetri
5	MgCO ₃	6.38	%	-
6	Al ₂ O ₃	ttd	%	Volumetri
7	Fe ₂ O ₃	0.16	%	Volumetri
8	Fe Total	0.11	%	Volumetri
9	TiO ₂	ttd	%	Spektrofotometri
10	MnO	ttd	%	Spektrofotometri
11	P ₂ O ₅	0,0055	%	Spektrofotometri
12	SO ₃	0,0092	%	Gravimetri
13	Na ₂ O	0,0014	%	Flame Fotometri
14	K ₂ O	0,0014	%	Flame Fotometri
15	LOI (hilang bakar)	40.77	%	Gravimetri

Catatan : ttd = tidak terdeteksi
 - = tidak dianalisa

Padang, 30 Desember 2009
 Seksi Sumberdaya Geologi



Lampiran 4. Perhitungan Stoikiometri Reaksi



$$\text{Massa CaCO}_3 (\text{batu kapur}) = 2,5 \text{ g}$$

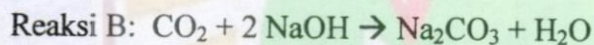
$$\text{Mr CaCO}_3 = 100 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol CaCO}_3 = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{2,5 \text{ g}}{100 \text{ g/mol}} = 0,025 \text{ mol}$$

$$\text{Mol HCl} \propto 2 \times \text{mol CaCO}_3$$

$$\text{Mol HCl} = 2 \times 0,025 \text{ mol} = 0,050 \text{ mol}$$

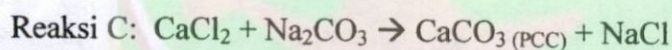
$$V_{\text{HCl}} = \frac{\text{mol}}{\text{molar}} = \frac{0,050 \text{ mol}}{2 \text{ M}} = 0,025 \text{ liter} = 25 \text{ mL}$$



$$\text{Mol HCl} \propto \text{mol NaOH}$$

$$V_{\text{HCl}} \propto V_{\text{NaOH}}$$

$$V_{\text{NaOH}} = 25 \text{ mL}$$



$$\text{Mol CaCO}_3 \text{ mula-mula (batu kapur)} \propto \text{mol CaCO}_3 \text{ PCC}$$

Berdasarkan stoikiometri reaksi di atas, volume HCl yang digunakan untuk melarutkan batu kapur adalah 25 mL agar reaksi yang terjadi tepat habis. Oleh sebab itulah volume 25 mL dijadikan volume patokan minimal dalam penentuan variasi volume larutan HCl untuk melarutkan sampel batu kapur. Untuk variasi volumenya diberi interval 5 mL untuk volume berikutnya, yakni: 30 mL, 35 mL, dan 40 mL.

Lampiran 5. Perhitungan Nilai Rendemen PCC

A. Perhitungan nilai rendemen sampel perlakuan No. 5 pada penelitian pendahuluan/awal

Massa CaCO_3 (sampel batu kapur) tertimbang = 2,5008 g

Massa CaCO_3 (sampel batu kapur) terlarut = 2,3433 g

Massa PCC (CaCO_3) yg diperoleh = 2,0214 g

Massa PCC (CaCO_3) teori = % CaCO_3 x massa CaCO_3 (sampel batu kapur) terlarut
 = 90,98 % x 2,3433 g
 = 2,1319 g

Rendemen PCC = $\frac{\text{massa PCC yg diperoleh}}{\text{massa PCC teori}} \times 100\% = \frac{2,0214 \text{ g}}{2,1319 \text{ g}} \times 100\% = 94,82\%$

B. Perhitungan nilai rendemen PCC dari berbagai variasi perlakuan

❖ Sampel A: Massa sampel batu kapur terlarut = 2,3817 g

Massa PCC perolehan = 1,5215 g

Massa PCC teori = % CaCO_3 sampel x massa CaCO_3 terlarut
 = 90,98 % x 2,3817 g
 = 2,1669 g

Rendemen PCC = $\frac{1,5215 \text{ g}}{2,1669 \text{ g}} \times 100\% = 70,22\%$

❖ Sampel B: Massa sampel batu kapur terlarut = 2,3838 g

Massa PCC perolehan = 1,5148 g

Massa PCC teori = % CaCO_3 sampel x massa CaCO_3 terlarut
 = 90,98 % x 2,3838 g
 = 2,1688 g

$$\text{Rendemen PCC} = \frac{1,5148 \text{ g}}{2,1688 \text{ g}} \times 100 \% = 69,85 \%$$

❖ Sampel C: Massa sampel batu kapur terlarut = 2,3721 g

Massa PCC perolehan = 1,5089 g

Massa PCC teori = % CaCO_3 sampel x massa CaCO_3 terlarut

$$= 90,98 \% \times 2,3721 \text{ g}$$

$$= 2,1581 \text{ g}$$

$$\text{Rendemen PCC} = \frac{1,5089 \text{ g}}{2,1581 \text{ g}} \times 100 \% = 69,92 \%$$

❖ Sampel D: Massa sampel batu kapur terlarut = 2,3558 g

Massa PCC perolehan = 1,5507 g

Massa PCC teori = % CaCO_3 sampel x massa CaCO_3 terlarut

$$= 90,98 \% \times 2,3558 \text{ g}$$

$$= 2,1433 \text{ g}$$

$$\text{Rendemen PCC} = \frac{1,5507 \text{ g}}{2,1433 \text{ g}} \times 100 \% = 72,35 \%$$

❖ Sampel E: Massa sampel batu kapur terlarut = 2,3614 g

Massa PCC perolehan = 1,4432 g

Massa PCC teori = % CaCO_3 sampel x massa CaCO_3 terlarut

$$= 90,98 \% \times 2,3614 \text{ g}$$

$$= 2,1484 \text{ g}$$

$$\text{Rendemen PCC} = \frac{1,4432 \text{ g}}{2,1484 \text{ g}} \times 100 \% = 67,18 \%$$

Lampiran 6. Perhitungan Persentase Kelarutan Sampel

❖ Sampel A: Massa sampel terlarut = 2,3817 g

Massa sampel awal = 2,5007 g

$$\text{Persentase kelarutan} = \frac{\text{massa sampel terlarut}}{\text{massa sampel awal}} \times 100 \%$$

$$= \frac{2,3817 \text{ g}}{2,5007 \text{ g}} \times 100 \% = 95,24 \%$$

❖ Sampel B: Massa sampel terlarut = 2,3838 g

Massa sampel awal = 2,5004 g

$$\text{Persentase kelarutan} = \frac{2,3838 \text{ g}}{2,5004 \text{ g}} \times 100 \% = 95,34 \%$$

❖ Sampel C: Massa sampel terlarut = 2,3721 g

Massa sampel awal = 2,5010 g

$$\text{Persentase kelarutan} = \frac{2,3721 \text{ g}}{2,5010 \text{ g}} \times 100 \% = 94,85 \%$$

❖ Sampel D: Massa sampel terlarut = 2,3558 g

Massa sampel awal = 2,5005 g

$$\text{Persentase kelarutan} = \frac{2,3558 \text{ g}}{2,5005 \text{ g}} \times 100 \% = 94,21 \%$$

❖ Sampel E: Massa sampel terlarut = 2,3614 g

Massa sampel awal = 2,5009 g

$$\text{Persentase kelarutan} = \frac{2,3614 \text{ g}}{2,5009 \text{ g}} \times 100 \% = 94,42 \%$$

Lampiran 7. Perhitungan Persentase Kehilangan/Pengurangan Kadar Senyawa dalam Produk PCC

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{\% \text{CaCO}_3 \text{ sampel} - \% \text{CaCO}_3 \text{ PCC}}{\% \text{CaCO}_3 \text{ sampel}} \times 100 \%$$

$$= \frac{90,98 \% - 85,25 \%}{90,98 \%} \times 100 \% = 6,30 \%$$

$$\% \text{MgCO}_3 = \frac{2,03 \% - 0,14 \%}{2,03 \%} \times 100 \% = 93,10 \%$$

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,06 \% - 0,04 \%}{0,06 \%} \times 100 \% = 33,33 \%$$

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,15 \% - 0,11 \%}{0,15 \%} \times 100 \% = 26,67 \%$$

Lampiran 8. Perhitungan Perbandingan Persentase Struktur Kristal Berdasarkan Hasil Analisis XRD

✓ Sampel A

Jumlah intensitas pada 2θ :

$$- \text{Kalsit (C)} = 100,0 + 28,8 + 28,4 + 24,3 + 23,7 + 20,6 + 17,7 = 243,5$$

$$- \text{Vaterit (V)} = 16,9 + 13,5 + 12,8 = 43,2$$

$$\% \text{Kalsit (C)} = \frac{243,5}{286,7} \times 100 \% = 84,93 \%$$

$$\% \text{Vaterit (V)} = \frac{43,2}{286,7} \times 100 \% = 15,07 \%$$

✓ Sampel B

Jumlah intesitas pada 2θ :

$$- \text{Kalsit (C)} = 100,0 + 33,2 + 30,0 + 25,5 + 22,1 + 17,1 + 15,1 = 243$$

$$- \text{Vaterit (V)} = 19,2 + 18,6 + 15,7 = 53,5$$

$$\% \text{Kalsit (C)} = \frac{243,0}{296,5} \times 100 \% = 81,96 \%$$

$$\% \text{Vaterit (V)} = \frac{53,5}{296,5} \times 100 \% = 18,04 \%$$

✓ Sampel D

Jumlah intesitas pada 2θ :

$$- \text{Kalsit (C)} = 100,0 + 27,8 + 26,8 + 25,9 + 23,7 = 204,2$$

$$- \text{Vaterit (V)} = 53,9 + 49,4 + 45,0 + 37,0 + 32,7 = 218,0$$

$$\% \text{Kalsit (C)} = \frac{204,2}{422,2} \times 100 \% = 48,37 \%$$

$$\% \text{Vaterit (V)} = \frac{218,0}{422,2} \times 100 \% = 51,63 \%$$

✓ Sampel E

Jumlah intesitas pada 2θ :

$$- \text{Kalsit (C)} = 100 + 34,6 + 24,3 + 24,3 + 21,7 + 19,3 + 17,5 + 13,0 = 254,7$$

$$- \text{Aragonit (A)} = 13,7 + 12,8 = 26,5$$

$$\% \text{Kalsit (C)} = \frac{254,7}{281,2} \times 100 \% = 90,58 \%$$

$$\% \text{Aragonit (A)} = \frac{26,5}{281,2} \times 100 \% = 9,42 \%$$

Lampiran 9. Perhitungan Ukuran Kristal PCC Berdasarkan Data XRD

Berdasarkan persamaan *Scherrer*:

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana:

L = Ukuran Kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

λ = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K α (1,54060 Å = 0,154060 nm)

θ = Sudut Bragg

β = FWHM (*Full Width at Half Maximum* = lebar setengah puncak) pada 2θ x ($\pi/180$)

$$\text{➤ Sampel A: } L = \frac{0,89 \times 0,154060}{\left(0,200 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{29,380}{2}} = 40,607 \text{ nm}$$

$$\text{➤ Sampel B: } L = \frac{0,89 \times 0,154060}{\left(0,160 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{29,385}{2}} = 50,760 \text{ nm}$$

$$\text{➤ Sampel C: } L = \frac{0,89 \times 0,154060}{\left(0,160 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{29,375}{2}} = 50,759 \text{ nm}$$

$$\text{➤ Sampel D: } L = \frac{0,89 \times 0,154060}{\left(0,180 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{29,390}{2}} = 45,120 \text{ nm}$$

$$\text{➤ Sampel E: } L = \frac{0,89 \times 0,154060}{\left(0,180 \times \frac{3,14}{180}\right) \times \cos \frac{29,435}{2}} = 45,125 \text{ nm}$$

Lampiran 10. Contoh Perhitungan Ukuran Partikel PCC

❖ Sampel A

Ukuran partikel kalsit hasil analisis SEM terhadap PCC sampel A pada pembesaran 5.000 kali adalah sebagai berikut:

Skala : 1,0 μm

Panjang pembanding (garis putih) : 38 mm

Panjang partikel terkecil : 80 mm

Panjang partikel terbesar : 90 mm

Lebar partikel terkecil : 55 mm

Lebar partikel terbesar : 70 mm

Ukuran panjang partikel terkecil sesungguhnya : $\frac{80}{38} \times 1,0 \mu\text{m} = 2,1 \mu\text{m}$

Dengan perhitungan yang sama maka diperoleh:

- Panjang partikel berkisar antara 2,1 μm – 2,37 μm
- Lebar partikel berkisar antara 0,79 μm - 1,84 μm

Ukuran partikel vaterit hasil analisis SEM terhadap PCC sampel A pada pembesaran 10.000 kali adalah sebagai berikut:

Skala : 1,0 μm

Panjang pembanding (garis putih) : 15 mm

Panjang partikel terkecil : 75 mm

Panjang partikel terbesar : 85 mm

Lebar partikel terkecil : 73 mm

Lebar partikel terbesar : 83 mm

Ukuran panjang partikel terkecil sesungguhnya : $\frac{75}{15} \times 1,0 \mu\text{m} = 5 \mu\text{m}$

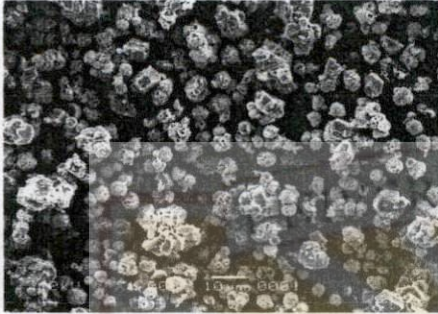
Dengan perhitungan yang sama maka diperoleh:

- Panjang partikel berkisar antara 5 μm – 5,67 μm
- Lebar partikel berkisar antara 4,87 μm – 5,53 μm

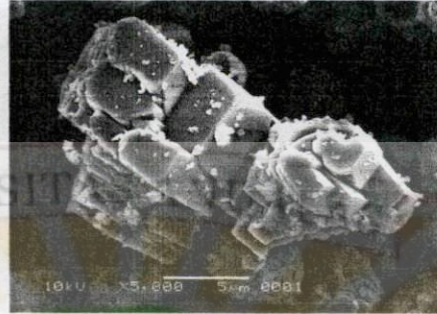
Lampiran 11. Hasil SEM Kelima Produk PCC

➤ Sampel A (pencampuran langsung dan cepat)

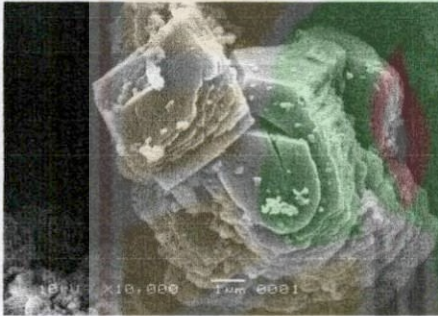
a. Perbesaran 1.000 kali



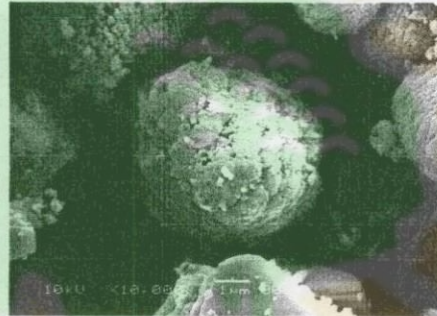
b. Perbesaran 5.000 kali



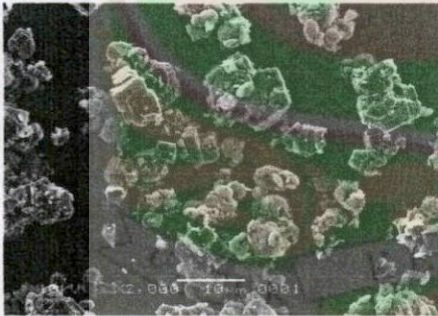
c. Perbesaran 10.000 kali



d. Perbesaran 10.000 kali

➤ Sampel B (pencampuran dengan *addition rate* 3 mL/menit)

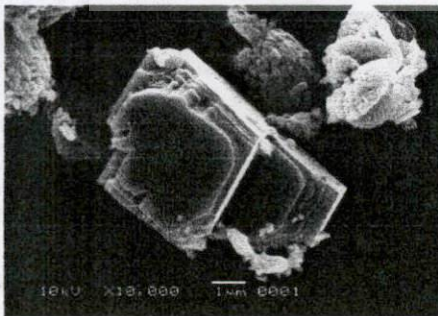
a. Perbesaran 2.000 kali



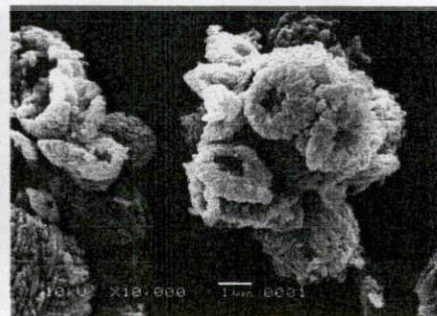
b. Perbesaran 5.000 kali



c. Perbesaran 10.000 kali

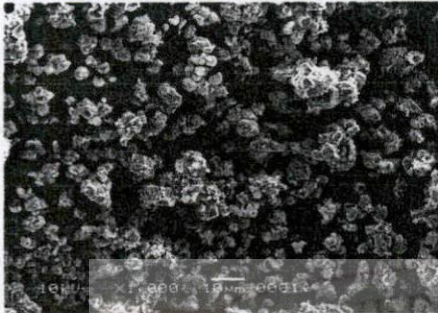


d. Perbesaran 10.000 kali

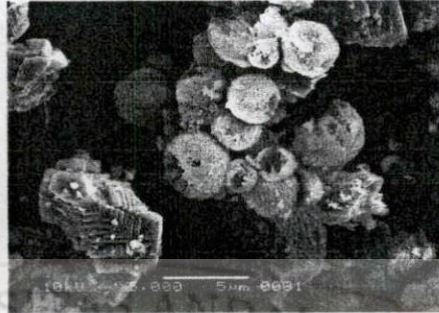


➤ Sampel C (pencampuran dengan *addition rate* 8 mL/menit)

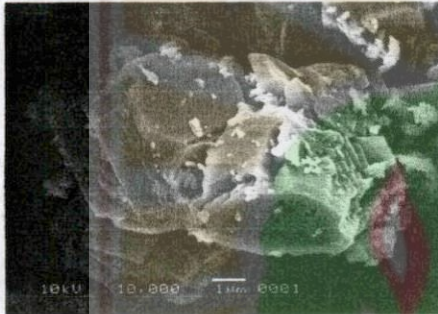
a. Perbesaran 1.000 kali



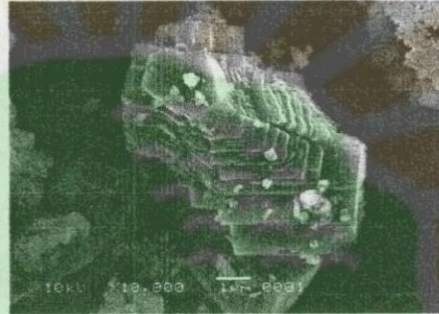
b. Perbesaran 5.000 kali



Perbesaran 10.000 kali

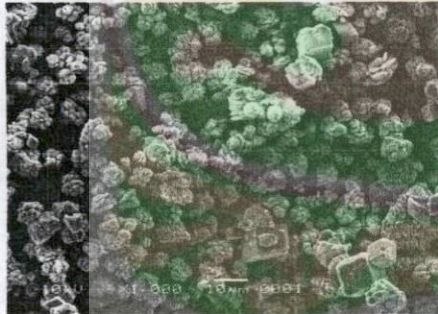


d. Perbesaran 10.000 kali

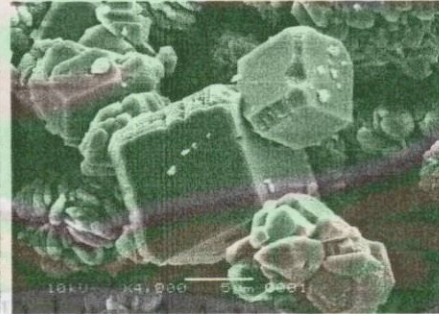


➤ Sampel D (pencampuran pada suhu 60 °C)

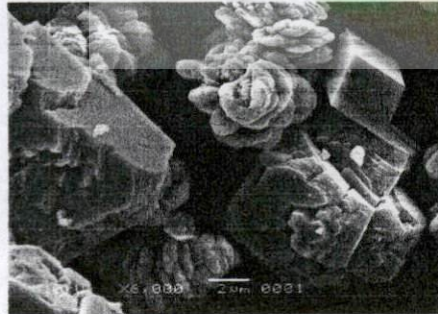
a. Perbesaran 1.000 kali



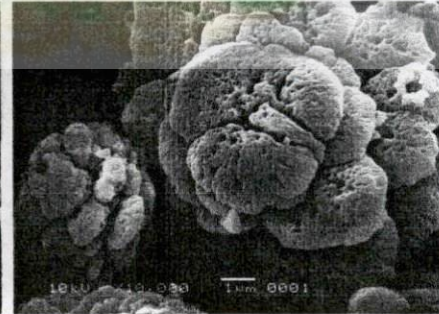
b. Perbesaran 4.000 kali



c. Perbesaran 6.000 kali



d. Perbesaran 10.000 kali

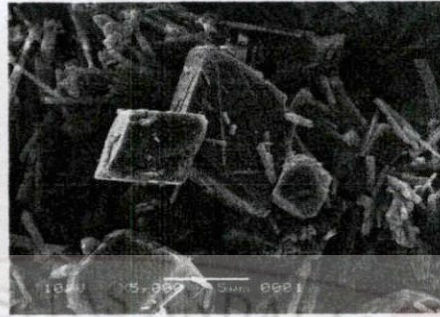


➤ Sampel E (pencampuran pada suhu 90 °C)

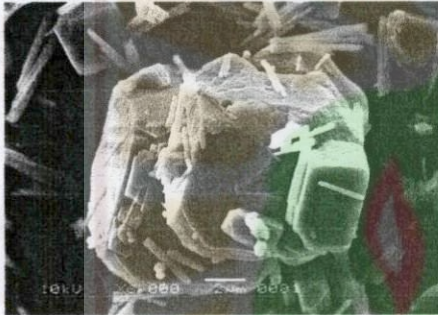
a. Perbesaran 1.000 kali



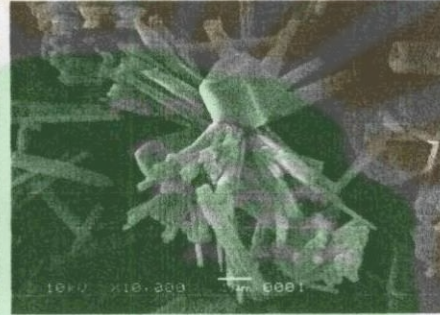
b. Perbesaran 5.000 kali



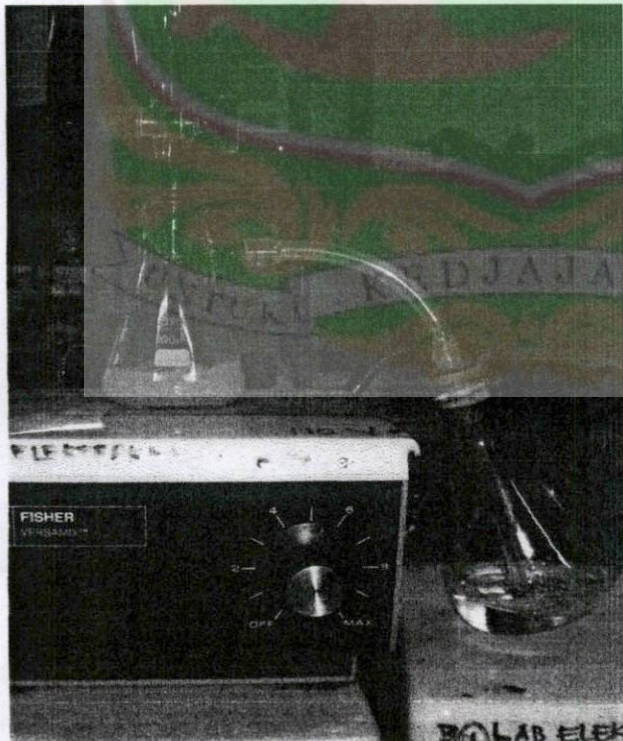
c. Perbesaran 6.000 kali



d. Perbesaran 10.000 kali



Lampiran 12. Gambar Setingan Alat Penelitian



Lampiran 13. Data Base PCPDFWIN Calcium Carbonate Keluaran JCPDS

A. Kalsit

72-1937	Quality: C	Ca C O3
CAS Number:		Calcium Carbonate
Molecular Weight: 100.09		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Volume[CD]: 368.93		Ref: Borodin, V.I. et al., Dokl. Akad. Nauk SSSR, 245, 1099 (1979)
Dx: 2.703	Dm:	
S.G.: R3c (167)		
Cell Parameters:		
a 4.994	b	c 17.08
α	β	γ
I/cor: 3.27		
Rad: CuKa1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-sr: calculated		
ICSD #: 020179		

2 θ	Int-f	h	k	l	2 θ	Int-f	h	k	l	2 θ	Int-f	h	k	l
23.032	90	0	1	2	58.007	11	1	0	10	76.192	8	2	2	0
29.369	999	1	0	4	60.606	49	2	1	4	77.058	20	1	1	12
31.398	18	0	0	6	60.928	24	2	0	8	78.343	1	2	2	3
35.937	149	1	1	0	61.301	27	1	1	9	80.145	1	1	3	1
39.370	197	1	1	3	62.986	22	1	2	5	80.854	7	3	1	2
43.118	137	2	0	2	64.596	68	3	0	0	81.423	25	2	1	10
47.067	81	0	2	4	65.525	31	0	0	12	81.991	3	0	1	14
47.450	193	0	1	8	69.110	10	2	1	7	83.677	40	1	3	4
48.453	190	1	1	6	70.155	15	0	2	10	84.707	26	2	2	6
56.508	33	2	1	1	72.808	28	1	2	8	85.783	1	3	1	5
57.342	96	1	2	2	73.586	5	3	0	6	86.346	6	1	2	11

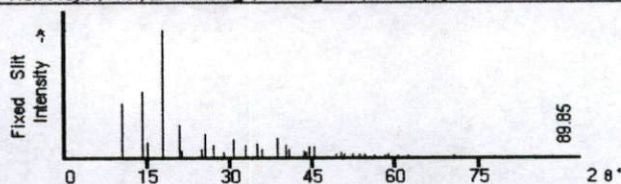
81-2027	Quality: C	Ca [C O3]
CAS Number:		Calcium Carbonate
Molecular Weight: 100.09		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Volume[CD]: 368.07		Ref: Maslen, E.N., Streltsov, V.A., Streltsova, N.R., Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, 49, 636 (1993)
Dx: 2.709	Dm:	
S.G.: R3c (167)		
Cell Parameters:		
a 4.991	b	c 17.06
α	β	γ
I/cor: 3.23		
Rad: CuKa1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-sr: calculated		
ICSD #: 073446		
Mineral Name:		
Calcite - synthetic		

2 θ	Int-f	h	k	l	2 θ	Int-f	h	k	l	2 θ	Int-f	h	k	l
23.049	101	0	1	2	58.074	10	1	0	10	76.246	9	2	2	0
29.395	999	1	0	4	60.651	50	2	1	4	77.149	19	1	1	12
31.434	19	0	0	6	60.986	25	2	0	8	78.401	1	2	2	3
35.959	141	1	1	0	61.364	24	1	1	9	80.203	1	1	3	1
39.399	173	1	1	3	63.035	16	1	2	5	80.913	5	3	1	2
43.146	135	2	0	2	64.639	55	3	0	0	81.506	20	2	1	10
47.102	63	0	2	4	65.608	32	0	0	12	82.098	3	0	1	14
47.501	183	0	1	8	69.169	10	2	1	7	83.741	35	1	3	4
48.495	186	1	1	6	70.229	19	0	2	10	84.779	18	2	2	6
56.545	28	2	1	1	72.875	24	1	2	8	85.852	1	3	1	5
57.381	84	1	2	2	73.646	6	0	3	6	86.440	3	1	2	11

B. Vaterit

72-1616 Quality: C
 CAS Number:
 Molecular Weight: 100.09
 Volume[CD]: 749.97
 Dx: 1.773 Dm:
 S.G.: P6₃/mmc (194)
 Cell Parameters:
 a 7.148 b c 16.94
 α β γ
 I/cor: 7.93
 Rad: CuKα1
 Lambda: 1.54060
 Filter:
 d-sp: calculated
 ICSD #: 018127
 Mineral Name:
 Vaterite

Ca C O3
 Calcium Carbonate
 Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
 Ref: Meyer, H.J., Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 128, 183 (1969)

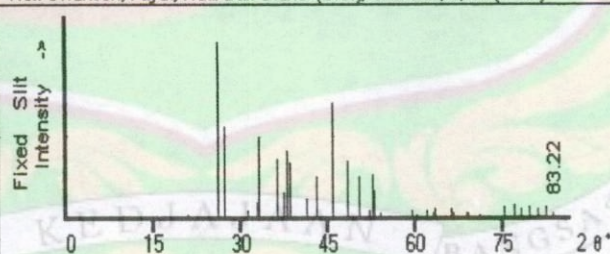


2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
10.430	428	0	0	2	42.641	9	0	0	8	55.786	8	2	2	4
14.296	514	1	0	0	43.330	55	2	0	6	55.928	5	3	1	3
15.225	118	1	0	1	43.839	42	3	0	0	56.226	17	1	0	10
17.729	999	1	0	2	44.183	85	3	0	1	57.214	1	2	0	9
20.948	258	0	0	4	44.183	85	2	1	4	57.906	18	3	1	4
21.275	46	1	0	3	45.190	80	3	0	2	58.746	23	3	0	7
24.893	58	1	1	0	45.190	80	1	0	8	58.746	23	2	1	8
25.454	191	1	0	4	46.835	1	3	0	3	59.701	5	4	0	0
27.055	92	1	1	2	47.161	1	2	1	5	60.397	15	3	1	5
28.822	40	2	0	0	47.646	1	2	0	7	60.397	15	1	1	10
29.309	1	2	0	1	49.066	27	3	0	4	60.792	5	4	0	2
30.031	10	1	0	5	50.006	35	1	1	8	61.337	11	2	2	6
30.728	139	2	0	2	50.617	34	2	1	6	62.019	1	1	0	11
31.649	1	0	0	6	50.617	34	1	0	9	62.418	12	2	0	10
32.754	102	1	1	4	51.069	4	2	2	0	62.813	4	3	0	8
34.884	112	1	0	6	51.829	1	3	0	5	63.340	11	3	1	6
35.901	57	2	0	4	52.285	34	2	2	2	63.340	11	2	1	9
38.444	150	2	1	0	52.285	34	2	0	8	63.997	6	4	0	4
39.390	2	2	0	5	53.316	30	3	1	0	65.695	7	3	2	0
39.942	94	2	1	2	54.063	1	0	0	10	66.101	2	0	0	12
39.942	94	1	0	7	54.487	27	3	1	2	66.345	1	4	0	5
40.679	65	1	1	6	54.487	27	2	1	7	66.729	6	3	2	2
41.751	1	2	1	3	55.071	7	3	0	6	66.729	6	3	1	7

C. Aragonit

05-0453 (Deleted)
 CAS Number: 14791-73-2
 Molecular Weight: 100.09
 Volume[CD]: 226.85
 Dx: 2.931 Dm: 2.947
 S.G.: Pmcn (62)
 Cell Parameters:
 a 4.959 b 7.968 c 5.741
 α β γ
 SS/FOM: F30=29(0181, 58)
 I/cor:
 Rad: CuKα1
 Lambda: 1.5405
 Filter: Ni
 d-sp:
 Mineral Name:
 Aragonite, syn

Ca C O3
 Calcium Carbonate
 Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 3, 53 (1954)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
21.074	2	1	1	0	45.860	65	2	2	1	66.171	5	3	1	2
26.219	100	1	1	1	48.318	32	0	4	1	66.544	3	3	3	0
27.223	52	0	2	1	48.455	25	2	0	2	68.705	3	2	4	2
31.125	4	0	0	2	50.252	23	1	3	2	69.110	3	1	1	4
32.776	9	1	2	1	51.939	4	1	4	1	70.902	2	0	6	0
33.151	46	0	1	2	52.484	25	1	1	3	75.298	6	3	3	2
36.174	33	2	0	0	52.942	15	2	3	1	76.803	7	4	0	0
37.294	14	0	3	1	53.953	3	2	2	2	77.995	5	1	3	4
37.898	38	1	1	2	59.300	4	3	1	1	79.466	6	0	6	2
38.419	31	1	3	0	60.237	2	0	5	1	80.738	5	1	5	3
38.642	6	0	2	2	61.840	4	2	4	1	82.243	6	1	6	2
41.224	11	2	1	1	62.960	3	3	2	1	83.221	3	4	2	1
42.906	23	2	2	0	63.392	5	1	5	1					

Lampiran 14. Data Analisis XRD Kelima Produk PCC

A. Sampel A (pencampuran langsung dan cepat)

File: ZH-3.DI		10-Jun-2010 16:07					
Philips Analytical		PC-APD, Diffraction software					
Sample identification: MT-R							
Data measured at: 10-Jun-2010 15:38:00							
Diffractometer type: PW1710 BASED							
Tube anode: CU							
Generator tension [kV]: 40							
Generator current [mA]: 25							
wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060							
wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439							
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500							
Divergence slit: 2θ							
Receiving slit: 0.2							
Monochromator used: NO							
Start angle [2θ]: 10.000							
End angle [2θ]: 89.980							
Step size [2θ]: 0.020							
Maximum intensity: 912.0400							
Time per step [s]: 0.400							
Type of scan: CONTINUOUS							
Intensities converted to: AUTOMATIC							
Minimum peak tip width: 0.00							
Maximum peak tip width: 1.00							
Peak base width: 2.00							
Minimum significance: 0.75							
Number of peaks: 45							
Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
13.745	6.4374	6.4532	0.120	0	10	0.0	0.89
20.945	4.2379	4.2483	0.240	12	8	1.3	2.65
23.005	3.8629	3.8724	0.140	81	9	8.9	6.11
24.885	3.5751	3.5839	0.140	71	9	7.7	3.10
27.055	3.2931	3.3012	0.060	117	10	12.8	1.43
29.380	3.0376	3.0451	0.200	912	10	100.0	44.82
31.460	2.8413	2.8483	0.160	20	10	2.2	3.18
32.700	2.7364	2.7431	0.100	123	11	13.5	0.78
32.810	2.7274	2.7342	0.120	112	11	12.3	1.14
35.945	2.4964	2.5026	0.160	188	10	20.6	10.35
36.690	2.4474	2.4535	0.160	4	10	0.4	0.79
39.385	2.2859	2.2916	0.160	259	13	28.4	10.28
43.120	2.0962	2.1014	0.160	216	14	23.7	8.79
43.805	2.0650	2.0701	0.280	94	14	10.3	6.45
47.035	1.9304	1.9352	0.080	86	13	9.5	0.91
47.480	1.9134	1.9181	0.140	222	13	24.3	5.64
48.465	1.8768	1.8814	0.140	262	12	28.8	5.88
48.615	1.8713	1.8759	0.060	154	12	16.9	1.70
49.070	1.8550	1.8596	0.240	40	13	4.4	0.83
50.010	1.8223	1.8268	0.100	90	13	9.9	0.82
52.045	1.7558	1.7601	0.400	4	13	0.4	0.91
55.775	1.6469	1.6509	0.120	38	14	4.2	0.93
56.520	1.6269	1.6309	0.160	52	13	5.7	1.51
File: ZH-3.DI		10-Jun-2010 16:07					
Philips Analytical		PC-APD, Diffraction software					
Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
57.380	1.6046	1.6085	0.140	161	13	17.7	4.51
57.515	1.6011	1.6050	0.100	92	13	10.1	1.16
58.075	1.5870	1.5909	0.160	11	12	1.2	1.39
60.580	1.5272	1.5310	0.120	76	12	8.3	2.08
61.330	1.5103	1.5141	0.060	55	11	6.0	1.81
62.980	1.4747	1.4783	0.160	36	11	3.9	1.01
64.635	1.4409	1.4444	0.120	110	12	12.1	2.80
65.535	1.4232	1.4267	0.120	48	11	5.2	1.90
68.620	1.3666	1.3699	0.480	11	12	1.2	1.00
69.205	1.3564	1.3598	0.320	14	12	1.5	1.10
70.190	1.3398	1.3431	0.160	36	12	3.9	1.11
71.975	1.3109	1.3141	0.400	15	12	1.7	1.40
72.860	1.2972	1.3003	0.120	58	12	6.3	1.52
73.570	1.2864	1.2895	0.320	31	12	3.4	1.21
76.225	1.2480	1.2511	0.120	25	12	2.7	1.67
77.115	1.2358	1.2389	0.060	55	12	6.0	2.55
81.455	1.1806	1.1835	0.060	58	13	6.3	1.16
81.715	1.1775	1.1804	0.060	40	13	4.4	0.88
83.725	1.1543	1.1571	0.060	108	14	11.9	2.06
84.005	1.1511	1.1540	0.120	45	14	4.9	1.46

B. Sampel B (pencampuran dengan *addition rate* 3 mL/menit)

File: ZH-5.DI 10-Jun-2010 18:09
 Philips Analytical PC-APD, Diffraction software

Sample identification: M-3
 Data measured at: 10-Jun-2010 16:34:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kv]: 40
 Generator current [mA]: 25
 wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060
 wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: 2°
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: NO

Start angle [2θ]: 10.000
 End angle [2θ]: 89.980
 Step size [2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 800.8900
 Time per step [s]: 0.400
 Type of scan: CONTINUOUS
 Intensities converted to: AUTOMATIC

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 43

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
20.960	4.2349	4.2453	0.140	15	9	1.9	1.66
23.040	3.8571	3.8666	0.120	67	8	8.4	3.51
24.885	3.5751	3.5839	0.140	98	9	12.2	4.20
27.025	3.2967	3.3048	0.140	149	10	18.6	2.77
29.385	3.0371	3.0446	0.160	801	11	100.0	24.96
31.430	2.8440	2.8510	0.160	16	12	2.0	1.30
32.685	2.7376	2.7443	0.140	154	12	19.2	3.40
35.930	2.4974	2.5036	0.180	137	11	17.1	10.78
39.400	2.2851	2.2907	0.140	240	14	30.0	7.69
42.685	2.1165	2.1218	0.200	19	14	2.4	1.50
43.145	2.0950	2.1002	0.140	177	14	22.1	5.38
43.875	2.0619	2.0669	0.080	125	14	15.7	0.89
47.105	1.9277	1.9325	0.100	81	13	10.1	1.16
47.495	1.9128	1.9175	0.160	204	13	25.5	6.60
48.500	1.8755	1.8801	0.100	266	12	33.2	3.40
49.030	1.8565	1.8610	0.280	46	13	5.8	3.04
50.140	1.8179	1.8224	0.140	114	12	14.3	1.44
51.115	1.7855	1.7899	0.320	12	12	1.5	1.02
52.150	1.7525	1.7568	0.240	6	12	0.7	0.76
55.905	1.6433	1.6474	0.320	44	14	5.4	4.02
56.535	1.6265	1.6305	0.080	58	14	7.2	0.90
57.400	1.6040	1.6080	0.140	121	14	15.1	4.02
58.040	1.5879	1.5918	0.120	17	13	2.1	1.06

File: ZH-5.DI 10-Jun-2010 18:09
 Philips Analytical PC-APD, Diffraction software

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
60.655	1.5255	1.5293	0.100	94	12	11.7	1.86
61.325	1.5105	1.5142	0.080	38	12	4.8	0.79
63.005	1.4742	1.4778	0.100	34	12	4.2	1.02
64.630	1.4410	1.4445	0.100	106	12	13.2	2.01
64.855	1.4365	1.4400	0.080	45	12	5.6	0.81
65.565	1.4227	1.4262	0.200	38	12	4.8	2.46
68.545	1.3679	1.3713	0.060	18	12	2.2	0.76
69.170	1.3571	1.3604	0.120	21	12	2.6	1.20
70.185	1.3399	1.3432	0.120	36	12	4.5	0.77
71.845	1.3130	1.3162	0.120	26	12	3.2	0.98
72.880	1.2968	1.3000	0.100	52	12	6.5	1.03
73.100	1.2935	1.2967	0.100	36	12	4.5	0.99
73.585	1.2862	1.2893	0.400	34	12	4.2	2.36
76.225	1.2480	1.2511	0.160	20	12	2.5	1.24
77.115	1.2358	1.2389	0.160	36	13	4.5	1.66
81.485	1.1802	1.1831	0.080	42	14	5.3	0.89
83.730	1.1542	1.1571	0.080	77	14	9.7	0.76
83.990	1.1513	1.1541	0.080	48	14	5.9	0.91

C. Sampel C (pencampuran dengan *addition rate* 8 mL/menit)

File: ZH-4.DI

10-Jun-2010 18:09

Philips Analytical

PC-APD, Diffraction software

Sample identification: M-8

Data measured at: 10-Jun-2010 16:06:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kv]: 40

Generator current [ma]: 25

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: 2ø

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: NO

Start angle [ø2ø]: 10.000

End angle [ø2ø]: 89.980

Step size [ø2ø]: 0.020

Maximum intensity: 1253.160

Time per step [s]: 0.400

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: AUTOMATIC

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 43

Angle [ø2ø]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [ø2ø]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
20.950	4.2369	4.2473	0.240	4	9	0.3	1.34
23.035	3.8579	3.8674	0.160	100	8	8.0	9.98
24.865	3.5780	3.5868	0.280	32	8	2.6	6.50
27.035	3.2955	3.3036	0.240	55	9	4.4	5.85
29.375	3.0381	3.0456	0.160	1253	10	100.0	34.15
31.370	2.8493	2.8563	0.100	28	10	2.2	1.06
32.730	2.7339	2.7407	0.240	59	10	4.7	4.60
35.925	2.4978	2.5039	0.160	213	10	17.0	10.31
39.380	2.2862	2.2918	0.140	357	12	28.5	8.32
43.120	2.0962	2.1014	0.120	296	12	23.6	6.09
43.790	2.0657	2.0707	0.280	48	12	3.8	4.35
47.075	1.9289	1.9336	0.100	137	13	10.9	2.45
47.450	1.9145	1.9192	0.100	339	12	27.0	4.19
47.620	1.9081	1.9128	0.080	130	12	10.4	0.90
48.450	1.8773	1.8819	0.120	384	12	30.7	6.58
48.630	1.8708	1.8754	0.060	159	12	12.7	1.36
50.035	1.8215	1.8260	0.280	45	12	3.6	2.73
55.835	1.6452	1.6493	0.480	17	11	1.3	2.45
56.515	1.6270	1.6310	0.080	79	12	6.3	1.14
57.320	1.6061	1.6100	0.140	188	11	15.0	6.17
58.060	1.5874	1.5913	0.120	20	10	1.6	1.19
60.620	1.5263	1.5301	0.120	149	10	11.9	3.59
61.355	1.5098	1.5135	0.140	55	10	4.4	1.62

File: ZH-4.DI

10-Jun-2010 18:09

Philips Analytical

PC-APD, Diffraction software

Angle [ø2ø]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [ø2ø]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
63.015	1.4739	1.4776	0.100	42	10	3.4	1.08
64.610	1.4414	1.4449	0.100	169	10	13.5	2.53
64.845	1.4367	1.4402	0.100	72	10	5.8	1.01
65.540	1.4231	1.4266	0.100	62	10	5.0	1.58
69.145	1.3575	1.3608	0.120	32	10	2.6	0.76
70.200	1.3396	1.3429	0.140	41	10	3.3	2.77
71.840	1.3130	1.3163	0.640	6	10	0.5	0.78
72.830	1.2976	1.3008	0.080	74	10	5.9	1.34
73.050	1.2942	1.2974	0.080	46	10	3.7	0.89
73.615	1.2857	1.2889	0.120	27	10	2.2	1.06
76.230	1.2480	1.2510	0.120	32	10	2.6	0.79
77.085	1.2362	1.2393	0.120	45	12	3.6	1.20
77.370	1.2324	1.2354	0.120	29	12	2.3	1.20
80.910	1.1872	1.1901	0.120	14	11	1.2	0.88
81.465	1.1805	1.1834	0.120	59	11	4.7	1.10
81.730	1.1773	1.1802	0.120	31	11	2.5	0.84
83.740	1.1541	1.1569	0.140	146	12	11.7	3.77
83.975	1.1515	1.1543	0.140	64	12	5.1	2.98

D. Sampel D (pencampuran pada suhu 60 °C)

File: ZH-2.DI

10-Jun-2010 16:06

Philips Analytical

PC-APD, Diffraction software

Sample identification: T-60

Data measured at: 10-Jun-2010 15:05:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: CU

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 25

wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060

wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: 2ø

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: NO

Start angle [2θ]: 10.000

End angle [2θ]: 89.980

Step size [2θ]: 0.020

Maximum intensity: 492.8400

Time per step [s]: 0.400

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: AUTOMATIC

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 41

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
21.020	4.2230	4.2334	0.180	18	8	3.8	5.15
23.030	3.8587	3.8682	0.120	38	9	7.8	2.46
24.890	3.5744	3.5832	0.160	161	10	32.7	8.39
27.065	3.2919	3.3000	0.160	243	10	49.4	9.01
29.390	3.0366	3.0441	0.180	493	12	100.0	27.54
31.445	2.8427	2.8497	0.160	14	12	2.9	1.29
32.765	2.7311	2.7378	0.160	266	13	53.9	6.76
35.985	2.4937	2.4999	0.120	88	12	17.9	3.32
38.740	2.3225	2.3282	0.240	19	12	3.9	1.29
39.390	2.2857	2.2913	0.120	128	12	25.9	3.16
40.605	2.2200	2.2255	0.240	13	12	2.6	0.96
42.680	2.1168	2.1220	0.160	32	13	6.6	1.36
43.135	2.0955	2.1007	0.080	132	13	26.8	1.54
43.825	2.0641	2.0692	0.120	222	13	45.0	2.20
47.115	1.9273	1.9321	0.100	53	14	10.8	0.99
47.465	1.9139	1.9187	0.100	137	14	27.8	2.31
48.500	1.8755	1.8801	0.140	117	14	23.7	3.76
49.085	1.8545	1.8591	0.240	69	14	14.0	2.97
50.015	1.8222	1.8267	0.100	182	15	37.0	1.07
51.105	1.7858	1.7902	0.320	15	16	3.1	1.15
55.790	1.6465	1.6505	0.320	72	16	14.7	5.27
56.550	1.6261	1.6301	0.080	38	15	7.8	0.92
57.390	1.6043	1.6082	0.100	76	14	15.4	1.70

File: ZH-2.DI

10-Jun-2010 16:06

Philips Analytical

PC-APD, Diffraction software

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
59.900	1.5429	1.5467	0.240	15	13	3.1	0.78
60.675	1.5251	1.5288	0.100	48	14	9.7	1.14
61.390	1.5090	1.5127	0.160	22	14	4.5	1.11
63.045	1.4733	1.4769	0.200	31	13	6.4	1.00
64.625	1.4411	1.4446	0.120	46	13	9.4	0.88
65.580	1.4224	1.4259	0.240	23	14	4.7	1.75
68.680	1.3655	1.3689	0.320	18	14	3.8	0.95
70.190	1.3398	1.3431	0.080	23	13	4.7	0.99
71.900	1.3121	1.3153	0.400	26	12	5.3	2.42
72.855	1.2972	1.3004	0.120	30	13	6.1	1.40
73.850	1.2822	1.2853	0.320	24	12	4.9	1.24
76.365	1.2461	1.2492	0.320	9	12	1.8	1.20
77.190	1.2348	1.2379	0.160	21	14	4.3	0.89
80.590	1.1911	1.1940	0.400	10	13	1.9	1.11
81.535	1.1796	1.1826	0.120	27	14	5.5	0.82
83.735	1.1542	1.1570	0.160	46	15	9.4	1.04
84.965	1.1406	1.1434	0.480	24	16	4.9	0.85
88.100	1.1079	1.1106	0.800	16	14	3.2	2.37

E. Sampel E (pencampuran pada suhu 90 °C)

File: ZH-1.DI 10-Jun-2010 15:14

Philips Analytical PC-APD, Diffraction software

Sample identification: tT90
Data measured at: 10-Jun-2010 14:29:00

Diffractometer type: Pw1710 BASED
 Tube anode: Cu
 Generator tension [kV]: 40
 Generator current [mA]: 25
 Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54060
 Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
 Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
 Divergence slit: 2ø
 Receiving slit: 0.2
 Monochromator used: NO

Start angle [2θ]: 10.000
 End angle [2θ]: 89.980
 Step size [2θ]: 0.020
 Maximum intensity: 864.3600
 Time per step [s]: 0.400
 Type of scan: CONTINUOUS
 Intensities converted to: AUTOMATIC

Minimum peak tip width: 0.00
 Maximum peak tip width: 1.00
 Peak base width: 2.00
 Minimum significance: 0.75
 Number of peaks: 51

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
20.925	4.2419	4.2524	0.240	7	9	0.8	2.33
23.055	3.8546	3.8641	0.160	62	8	7.2	8.23
24.870	3.5773	3.5861	0.160	28	8	3.2	1.87
26.205	3.3980	3.4063	0.140	110	8	12.8	4.83
27.165	3.2800	3.2881	0.140	79	9	9.2	2.06
29.435	3.0320	3.0395	0.180	864	9	100.0	34.39
31.420	2.8449	2.8519	0.160	21	10	2.4	1.36
32.775	2.7303	2.7370	0.100	62	10	7.2	1.18
33.130	2.7018	2.7085	0.160	55	10	6.3	2.27
35.985	2.4937	2.4999	0.100	166	10	19.3	2.87
37.250	2.4119	2.4178	0.200	22	10	2.6	1.78
37.880	2.3732	2.3791	0.100	52	10	6.0	1.04
38.395	2.3426	2.3483	0.200	56	10	6.5	2.74
39.420	2.2840	2.2896	0.120	188	10	21.7	4.24
41.195	2.1896	2.1950	0.200	18	11	2.1	1.90
43.160	2.0943	2.0995	0.100	210	11	24.3	2.77
43.785	2.0659	2.0710	0.240	35	11	4.0	3.22
45.840	1.9779	1.9828	0.100	119	11	13.7	1.26
47.140	1.9264	1.9311	0.140	83	11	9.6	2.61
47.495	1.9128	1.9175	0.140	210	11	24.3	4.63
47.635	1.9075	1.9122	0.100	151	11	17.5	1.39
48.535	1.8742	1.8788	0.120	299	11	34.6	3.67
50.215	1.8154	1.8198	0.120	72	11	8.4	1.25

File: ZH-1.DI

10-Jun-2010 15:14

Philips Analytical PC-APD, Diffraction software

Angle [2θ]	d-value Å1 [Å]	d-value Å2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
52.440	1.7435	1.7478	0.200	38	11	4.4	1.97
53.020	1.7258	1.7300	0.160	36	11	4.2	1.29
55.780	1.6467	1.6508	0.320	16	11	1.9	0.88
56.575	1.6255	1.6295	0.080	48	11	5.5	1.16
57.425	1.6034	1.6074	0.140	112	11	13.0	3.46
58.125	1.5858	1.5897	0.240	9	11	1.0	1.50
59.270	1.5578	1.5617	0.400	11	11	1.3	1.82
60.645	1.5257	1.5295	0.100	69	12	8.0	1.21
61.395	1.5089	1.5126	0.100	50	12	5.8	1.40
63.060	1.4730	1.4766	0.160	35	11	4.0	0.81
64.690	1.4398	1.4433	0.120	81	12	9.4	1.95
65.595	1.4221	1.4256	0.120	38	12	4.4	2.32
69.280	1.3552	1.3585	0.240	18	11	2.1	0.98
70.270	1.3385	1.3418	0.160	29	11	3.4	0.84
72.880	1.2968	1.3000	0.060	44	12	5.0	0.90
75.335	1.2606	1.2637	0.320	14	11	1.6	1.40
76.105	1.2497	1.2528	0.060	16	11	1.9	0.80
77.195	1.2348	1.2378	0.320	41	12	4.7	1.60
77.955	1.2246	1.2276	0.120	14	12	1.6	0.88
79.350	1.2065	1.2095	0.400	17	12	1.9	1.59