

PENGARUH VARIASI LAJU ALIRAN CO₂ PADA SINTESIS DAN KAREKTERISASI PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) BAHAN DASAR LIMBAH ASBUTON DENGAN LARUTAN HCL

*Michael Ambarita¹, Athanasius Priharyoto Bayuseno², Rifky Ismail²

¹Departemen Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

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

*E-mail: michaelambarita@students.undip.ac.id

Abstrak

Pemerintah Indonesia secara serius menggalakkan pengoptimalan sumber daya alam dengan meningkatkan nilai tambahnya salah satu sumber daya alam itu adalah Aspal buton (Asbuton). Asbuton adalah sumber daya alam Indonesia yang sangat kaya, tetapi belum dimanfaatkan secara optimal, padahal salah satu kandungan dalam asbuton adalah banyak mineral karbonat tetapi belum dimanfaatkan. Mineral karbonat tersebut bisa dimanfaatkan menjadi Precipitated Calcium Carbonate (PCC) CaCO₃ adalah mineral yang sangat berguna dan dapat digunakan di banyak industri. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan mengetahui bagaimana proses pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari serbuk aspal buton dan mengetahui karakteristik Precipitated Calcium Carbonate (PCC) berbahan dasar aspal buton. Menggunakan metode karbonasi berupa media asam klorida HCl dengan karakterisasi XRD, FTIR, SEM, untuk mengetahui nilai derajat kristalinitas, persentase kristalinitas, ukuran kristal, wavenumber, komposisi kimia, morfologi, dan ukuran butir Precipitated Calcium Carbonate. Metodologi penelitian dilakukan secara kuantitatif dengan metode eksperimen dan analisis data bersifat kuantitatif/statistik, dengan tujuan untuk menguji dan membuktikan landasan teori yang telah ditetapkan. Proses sintesis PCC dilakukan dengan mencampurkan hasil kalsinasi aspal buton dengan larutan HCl 2M, asam klorida (NH₄OH), dan aquades, dengan variasi laju aliran CO₂ 2L/menit, 3L/menit, dan 4L/menit pada suhu 90°C pada kecepatan magnetic stirrer sebesar 1200 rpm. Hasil yang didapatkan penelitian ini menunjukkan bahwa sintesis PCC berbahan asbuton ini secara menyeluruh berhasil dijadikan menjadi PCC dengan kemurnian tinggi dengan fasa vaterit pemberian. Selanjutnya laju aliran CO₂ berpengaruh terhadap sintesis PCC dan bahwa CaCO₃ telah terbentuk sempurna karena tidak terkandung di dalamnya kandungan gugus O-H pada karakterisasi pengujian FTIR.

Kata kunci: asbuton; metode karbonasi; precipitated calcium carbonate (PCC)

Abstract

The Indonesian government is seriously promoting the optimization of natural resources by increasing the added value of one of these natural resources, namely Asphalt Buton (Asbuton). Asbuton is a very rich natural resource of Indonesia, but it has not been utilized optimally, even though one of the contents in asbuton is a lot of carbonate minerals but has not been utilized. These carbonate minerals can be used as Precipitated Calcium Carbonate (PCC). CaCO₃ is a very useful mineral and can be used in many industries. Therefore, this study aims to find out how the process of making Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from Buton asphalt powder and to know the characteristics of Precipitated Calcium Carbonate (PCC) made from Buton asphalt. Using the carbonation method in the form of hydrochloric acid HCl media with XRD, FTIR, SEM characterization, to determine the value of the degree of crystallinity, percentage of crystallinity, crystal size, wavenumber, chemical composition, morphology, and grain size of Precipitated Calcium Carbonate. The research methodology was carried out quantitatively with experimental methods and quantitative/statistical data analysis, with the aim of testing and proving the established theoretical basis. The PCC synthesis process was carried out by mixing the calcined asphalt of Buton with a solution of 2M HCl, hydrochloric acid (NH₄OH), and aquadest, with various flow rates of CO₂ 2L/minute, 3L/minute, and 4 L/minute at a temperature of 90 oC at a magnetic stirrer speed. at 1200 rpm. The results obtained from this study indicate that the overall synthesis of PCC made from asbuton has been successfully converted into high purity PCC with the vaterite phase given. Furthermore, the flow rate of CO₂ affects PCC synthesis and that CaCO₃ has been completely formed because it does not contain O-H groups in the FTIR test characterization.

Keywords: cavitation; groove; multistep journal bearing

1. Pendahuluan

Aspal Buton (Asbuton) adalah sumber daya alam Indonesia yang sangat kaya, tetapi belum dimanfaatkan secara optimal. [1]. Salah satu kandungan dalam asbuton adalah banyak mineral karbonat tetapi belum dimanfaatkan. CaCO₃ adalah mineral yang sangat berguna dan dapat digunakan di banyak industri. Sumber CaCO₃ Sumber CaCO₃ yang paling

umum adalah batu kapur, namun penggunaan bahan baku batu kapur serta aktivitas penambangan tidak dapat dilakukan terus menerus karena berpotensi merusak lingkungan. [2]. Precipitated Calcium Carbonate (PCC) merupakan senyawa kimia rumus CaCO_3 yang digunakan sebagai filler atau bahan pencampur pada berbagai perindustrian. Contoh hasil analisa data penggunaan kalsium karbonat dalam penggantian sebagian semen sangat berpengaruh besar. [3].

PCC atau precipitated calcium carbonate adalah salah satu produk yang dapat disintesa dari Ca. Produk sintesis berupa PCC dapat diperoleh melalui hidrasi kalsium oksida (Ca) yang kemudian direaksikan dengan karbon dioksida (CO). PCC mempunyai beberapa karakter istimewa berupa ukurannya mencapai partikel mikro sehingga sifatnya mudah diatur dan lebih homogen [4]. Proses pembuatan PCC dimulai dengan proses pemanasan asbuton untuk membebaskan CO_2 dan zat pengotor sehingga menghasilkan CaO. Proses kalsinasi memiliki mekanisme yang kompleks dan melibatkan beberapa tahap atau tahap kalsinasi. Tahap kalsinasi dimulai dengan transfer panas ke permukaan partikel dan melewati lapisan terluar asbuton. Panas yang tertransfer kemudian diserap oleh asbuton dan mengakibatkan CO_2 yang dihasilkan berpindah ke permukaan kemudian menyebar dalam tempat pemanasan. [5].

Selanjutnya pembuatan PCC menggunakan metode karbonasi Pada proses ini, batu kapur (limestone) yang telah dihancurkan dibakar dalam kiln pada temperatur sekitar 1000°C untuk mendekomposisi batu kapur menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida [6]. Selanjutnya PCC dikarakterisasi menggunakan tiga pengujian yang pertama adalah Sinar-X atau Sinar Rontgen adalah salah satu bentuk dari radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang berkisar antara 10 nm ke 100 pm (mirip dengan frekuensi dalam jangka 30 PHz ke 60 EHz) [7].

Selanjutnya adalah karakterisasi menggunakan metode FTIR merupakan bagian dari metode pengujian berbasis serapan spektroskopi. Tujuannya adalah untuk mengetahui seberapa baik sebuah sample menyerap cahaya pada tiap panjang gelombang [8]. Scanning Electron Microscope (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggambar spesimen dengan memindainya menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam scan pola raster. Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya [9]. Selanjutnya PCC ini dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri contohnya sebagai pigmen pembuatan kertas selian itu, PCC juga dapat digunakan sebagai bahan pengisi (filler) pada cat [10]. PCC juga dapat digunakan sebagai filler dalam kertas akan meningkatkan formasi lembaran dan mengisi rongga kosong, meningkatkan opasitas, meningkatkan printability, serta lebih menghemat penggunaan serat. Penelitian material jenis ini sudah pernah dilakukan sebelumnya [13,14,15].

2. Bahan dan Metode Penelitian

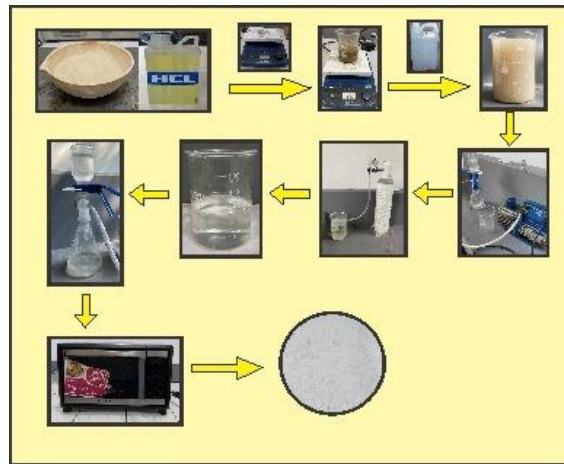
Metode Penelitian yang digunakan adalah melakukan percobaan sebanyak tiga proses. Proses pertama mereduksi ukuran limbah aspal buton. Proses kedua melakukan kalsinasi terhadap serbuk limbah aspal buton. Proses ketiga melakukan pembuatan precipitated calcium carbonate (PCC) dari hasil kalsinasi serbuk limbah aspal buton. Pembuatan PCC pada penelitian ini menggunakan metode karbonasi, dimana penelitian ini berfokus pada 3 parameter laju aliran. Hasil produk yang berupa serbuk precipitated calcium carbonate (PCC) berbahan dasar limbah aspal buton yang kemudian dikarakterisasi dengan metode x-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM), dan FTIR.

2.1 Bahan Penelitian

Terdapat beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini mulai dari proses *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) hingga pada proses pengujiannya. Bahan bahan tersebut antara lain limbah aspal buton yang terlebih dahulu di *mesh* 100 agar mempermudah mereduktivasi material, karena tingkat kehalusan butir mempengaruhi semakin tinggi permukaan specimen maka semakin cepat bahan bereaksi. Selanjutnya qades, larutan asam klorida HCl, ammonia hidroksida NH_4OH , dan Gas CO_2 . Untuk alat-alat yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah *mesh* ukuran 100, timbangan digital, gelas *beaker*, pH Meeter Digital, *magnetic stirrer*, *vacuum filtration*, *vacuum compressor*, kertas saring, mortar, oven, *furnance*, *l. X-Ray Diffraction Shimadzu XRD-7000*, Spektrofotometer FT-IR UATR Spektrum 2 Perkin Elmer, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) JEOL JSM – 6510LA.

2.2 Preparasi Serbuk *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Berbahan Limbah Aspal Buton

Tahap pertama melakukan reduksi ukuran aspal buton, hasil reduksi yang didapatkan akan disaring menggunakan *mesh* 100 μm . 500 gram serbuk asbuton dikalsinasi dengan menggunakan Furnace Chamber Thermolyne F6010 pada suhu 900°C selama 5 jam untuk menghilangkan zat pengotor yang terkandung dalam serbuk asbuton. Proses pembuatan PCC dibuat dari 17 gram serbuk asbuton yang sudah terkasinasi dicampur dengan 250 ml (CH_3COOH , HCl, atau HNO_3) 2M. Lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur 60°C , 1200 rpm selama 30 menit. Kemudian hasil campuran tersebut ditambahkan dengan NH_4OH hingga pH larutan menjadi 12. Penyaringan menggunakan kertas saring whatman No.42. Pada filtrat yang didapatkan secara perlahan gas CO_2 , pengaliran gas karbondioksida (CO_2) dilakukan pada tekanan sebesar $55 \text{ Kg}/\text{cm}^2$. Dialirkan dan memberikan hasil endapan berwarna putih susu. Tahap selanjutnya adalah membersihkan endapan tersebut dengan dicuci dan disaring dengan aquades hingga mencapai pH 7. Lalu hasil endapan tersebut dikeringkan pada suhu 110°C selama 2 jam. Hasil pembuatan precipitated calcium carbonate (PCC).



Gambar 1. Set-up sintesis PCC

2.3 Karakterisasi PCC

Serbuk PCC kemudian dikarakterisasi menggunakan metode XRD, FTIR, dan SEM. Pengujian XRD yang dipakai menggunakan difraktometer PANalytical Empyrean dengan jenis software PANalytical X'Pert High ScorePlus Version 3.0e. dengan radiasi Cu K α , 1.54 Å; 40 kV dan 40 mA. Jumlah sampel yang diuji pada karakterisasi XRD sebanyak 17 gram, kemudian dimasukkan kedalam holder yang berukuran (2x2) cm² pada difraktometer. Sudut awal diambil pada 10° dan sudut akhir pada 80° dengan kecepatan baca 4° per menit. Pengujian SEM menggunakan JEOL JSM – 6510LA dengan jangkauan energi 0 – 5 kV. Pengujian FTIR, XRD dan SEM dilakukan di Laboratorium UPT Terpadu Universitas Diponegoro.

3. Hasil dan Pembahasan

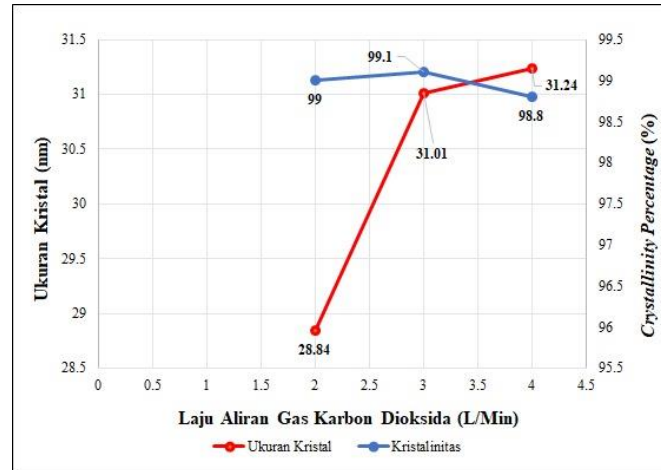
3.1 Pengujian XRD

Untuk menganalisa data yang diperoleh dari metode *X-Ray Diffraction* adalah dengan menggunakan 2 *software* aplikasi, yaitu *software PANalytical Expert High ScorePlus version 3.0* untuk mengetahui kadar mineral serta ukuran kristal PCC dan *software OriginLab 2019b* untuk mendapatkan grafik perbandingan kuantitas mineral dimasing-masing PCC. dengan 3 variasi laju aliran CO₂. Difraktogram (PCC) *Precipitated Calcium Carbonate* dengan variasi laju aliran CO₂ 2 Kg/cm², CO₂ 3 Kg/cm² dan Inject CO₂ 4 Kg/cm².

Tabel 1. Hasil Perbandingan ukuran kristal dan persentase kristalinitas dari *Precipitated Calcium Carbonate* yang dihasilkan

Sampel Sintesis <i>Precipitated Calcium Carbonate</i>					
PCC 2 L/min		PCC 3 L/min		PCC 4 L/min	
% w	L (nm)	% w	L (nm)	% w	L (nm)
99%	28,84	99,1%	31,01	98,8%	31,24

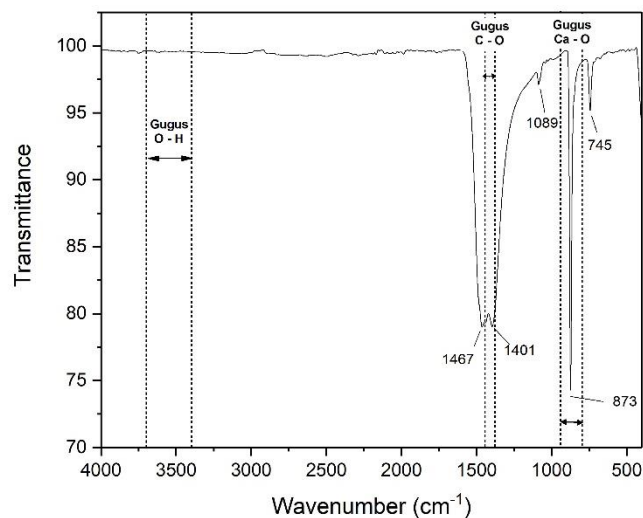
Kristalinitas *Precipitated Calcium Carbonate* pada laju aliran CO₂ 2 L/min, 3 L/min, dan 4 L/min secara berurutan adalah 99%, 99,1%, dan 98,8%. Sedangkan ukuran kristal *Precipitated Calcium Carbonate* dengan laju aliran 2 L/min, 3 L/min, dan 4 L/min secara berurutan adalah 28,84 nm, 31,01 nm, dan 31,24 nm.



Gambar 2. Grafik pengaruh waktu reaksi terhadap kristalinitas dan ukuran kristal Precipitated Calcium Carbonate

3.2 Pengujian FTIR

Pengujian FTIR serbuk PCC asbuton dilakukan dengan 3 variasi laju aliran pada rentang wave number 4000-400 cm^{-1} dan di ambil satu contoh laju aliran 2L/menit. Pada gambar 4.24 ditunjukkan hasil analisis spectrum PCC serbuk asbuton pada laju aliran 2 L/min.

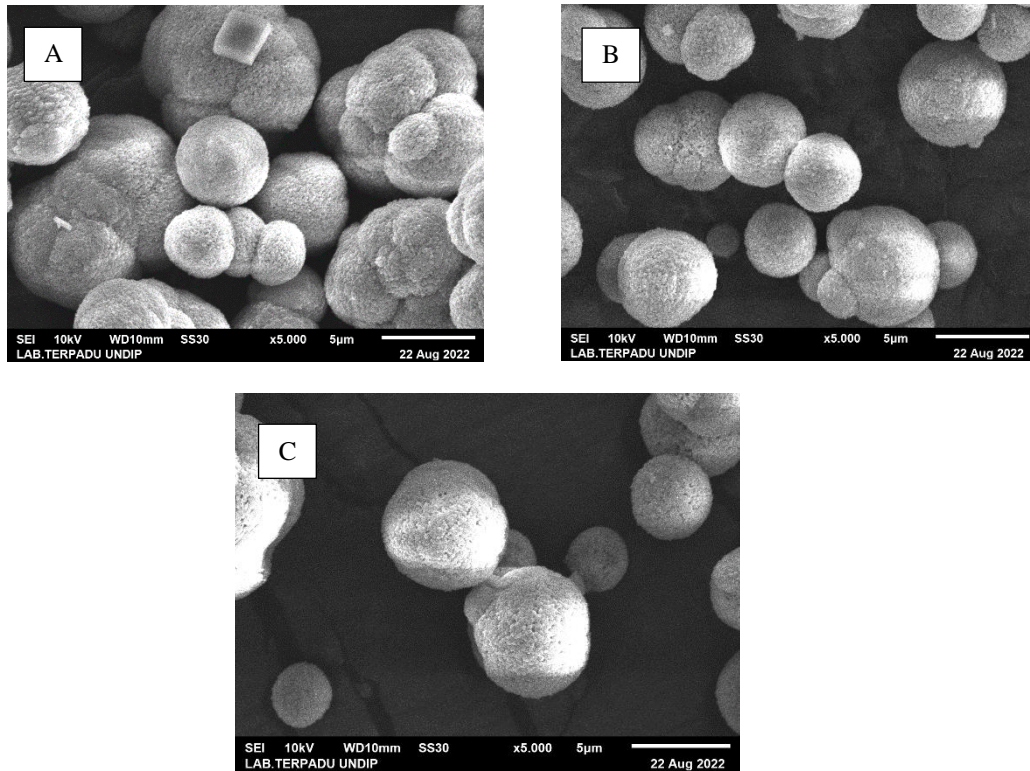


Gambar 3. Spektra PCC dengan laju aliran 2 L/min

Dapat dilihat pada grafik di atas, Berdasarkan gambar 4.24 dapat dilihat adanya pita serapan puncak dengan bilangan gelombang yaitu 1467 cm^{-1} dan 1401 cm^{-1} . Getaran vibrasi gugus Ca-O terbentuk pada bilangan gelombang 873 cm^{-1} . Getaran vibrasi gugus C-O terbentuk pada bilangan 1467 cm^{-1} .

3.3 Pengujian Waktu Larut

Karakterisasi untuk mengetahui dan melihat hasil morfologi produk (PCC) *precipitated calcium carbonate* dilakuka dengan pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Gambar morfologi SEM dapat digunakan untuk melakukan perhitungan ukuran butir PCC yang dimana bertujuan dan berguna pada tingkat biokompabilitas dan penyebaran sel.



Gambar 4. Morfologi Hasil Uji SEM (PCC) precipitated calcium carbonate Sintesis: (a) 2 liter/ menit, (b) 3 liter/menit, dan (c) 4 liter/menit

Dari data yang didapat dari hasil pengujian SEM precipitated calcium carbonate sintesis 2 liter/menit, 3 liter/ menit dan 4 liter/ menit menunjukkan bahwa laju aliran yang ditunjukkan bahwa semakin tinggi laju aliran CO_2 yang digunakan dalam proses sintesis PCC ini tidak mempengaruhi bentuk kristal yang dihasilkan, ketiga bentuk kristal yang dihasilkan berbentuk bulat menandakan bahwa bentuk kristalnya vaterit. [10].

4. Kesimpulan

Penelitian ini membuktikan bahwa pemberian laju aliran CO_2 berpengaruh terhadap sintesis precipitated calcium carbonate menggunakan material asbuton. Jenis kristal yang dihasilkan adalah vaterit yang berbentuk spherical atau berbentuk bulatan sesuai dengan nilai derajat JCPDS. Dengan ukuran 20-30 nm. Sintesis (PCC) precipitated calcium carbonate berbahan asbuton ini secara menyeluruh berhasil dijadikan menjadi precipitated calcium carbonate dengan kemurnian tinggi dengan fasa vaterit. Dari ketiga variasi pengujian dengan laju aliran yang berbeda-beda menghasilkan data dan hasil yang hampir sama, dengan pengujian FTIR, XRD dan SEM. Menyatakan bahwa CaCO_3 telah terbentuk sempurna karena tidak terkandung di dalamnya kandungan gugus O-H pada karakterisasi pengujian FTIR. Pada penelitian ini mampu memanfaatkan dry solid residu pada asbuton menjadi PCC precipitated calcium carbonate.

5. Daftar Pustaka

- [1] Affandi, F. (2008). Karakteristik bitumen asbuton butir untuk campuran beraspal panas. *Jurnal Jalan-Jembatan*, 25(3), 350-368.
- [2] G. Chen, R. Shan, S. Li, and J. Shi, "A biomimetic silicification approach to synthesize CaO-SiO_2 catalyst for the transesterification of palm oil into biodiesel," *Fuel*, vol. 153, pp. 48–55, 2015.
- [3] Han, Y.S., Hadiko, G., Fuji, M., Takahashi, M. 2006, "Factors Affecting the Phase and Morphology of CaCO_3 Prepared by a Bubbling Method". *Journal of the European Ceramic Society* 26, 843 – 847
- [4] Nurhepi. 2008. Pengaruh CaO dan Penambahan Asam Organik terhadap pembentukan Precipitated Calcium Carbonat (PCC) Melalui Metoda Karbonasi. Tesis Program Pascasarjana Universitas Andalas. Padang.
- [5] Cui, G., Wang, J., dan Zhang, S. (2016): Active chemisorption sites in functionalized ionic liquids for carbon capture, *Chem. Soc. Rev.*, 45(15), 4307-4339. <https://doi.org/10.1039/C5CS00462D>
- [6] ROMADHON, F., & FITRIYAH, Y. N. (2022). Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dari Cangkang Telur Ayam Ras Dengan Metode Karbonasi (Doctoral dissertation, UPN" VETERANJAWA TIMUR).

- [6] Munasir, M., Triwikantoro, T., Zainuri, M., & Darminto, D. (2012). Uji XRD dan XRF pada bahan mineral (batuan dan pasir) sebagai sumber material cerdas (CaCO_3 dan SiO_2). *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*. 2(1). 20-29.
- [7] Conrad, A. O., Rodriguez-Saona, L. E., McPherson, B. A., Wood, D. L., & Bonello, P. (2014). Identification of *Quercus agrifolia* (coast live oak) resistant to the invasive pathogen *Phytophthora ramorum* in native stands using Fourier-transform infrared (FT-IR) spectroscopy. *Frontiers in Plant Science*, 5. doi:10.3389/fpls.2014.00521 }
- [8] Choudhary, O. P. (2017). Scanning Electron Microscope: Advantages and Disadvantages in Imaging Components. 6(5), 1877-1882.
- [9] Maulia, G. (2020). Pembuatan PCC (Precipitated Calcium Carbonate) Menggunakan Bahan Baku Lime Mud Dengan Metode Kaustik Soda. *Jurnal Vokasi Teknologi Industri (Jvti)*, 2(2).
- [10] Kusnianti, N. (2008). Pemanfaatan mineral asbuton sebagai bahan stabilisasi tanah. *Jurnal jalan-jembatan*, 25(3), 238-258.
- [11] Rahman A, Nurhidayat S, Bayuseno AP, Ismail R, Taqriban RB. Review of the temperature and holding time effects on hydroxyapatite fabrication from the natural sources. *Journal of Biomedical Science and Bioengineering* [Internet]. 2021 Apr 17 [cited 2023 Jan 23];1(1):27–31. Available from: <https://ejournal2.undip.ac.id/index.php/jbiomes/article/view/10669>
- [12] Prasetya AY, Darmanto D, Dzulfikar M. The Effect of Plasma Nitridation on Surface Hardness of Titanium Alloy (Ti-6Al-4V) for Artificial Knee Joint Applications. *Journal of Biomedical Science and Bioengineering* [Internet]. 2022 Jan 3 [cited 2023 Jan 23];1(2):49–53. Available from: <https://ejournal2.undip.ac.id/index.php/jbiomes/article/view/12666>
- [13] M. Ibadi, Y. Whulanza, and H. Purnomo, "Experimental and Numerical Evaluation of Mechanical Properties for Carbon Fiber Reinforced Epoxy LY5052 Composite for Prosthesis Structures," *Journal of Biomedical Science and Bioengineering*, vol. 2, no. 1, Nov. 2022. <https://doi.org/10.14710/jbiomes.2022.v2i1.%p>