

PENGARUH VARIASI SUHU KARBONASI PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) DARI LIMBAH ASBUTON DENGAN PELARUT H_2SO_4 DENGAN METODE KARBONASI MENGGUNAKAN AMONIUM BIKARBONAT (NH_4HCO_3)

Ghani Widyatna Reswara^{1*}, A.P. Bayuseno², Rifky Ismail²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

²Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

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

*E-mail: ghanireswara@gmail.com

Abstrak

Aspal buton (Asbuton) merupakan salah satu sumber daya alam di Indonesia yang belum dimanfaatkan secara optimal. Padahal, asbuton mengandung mineral kalsium yang dapat dimanfaatkan salah satunya menjadi *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). PCC adalah bahan yang berguna di bidang industri. Limbah asbuton mengandung sekitar 25,5% Ca yang berpotensi sebagai bahan dasar pembuatan PCC. Penelitian ini bertujuan mengetahui bagaimana proses pembuatan PCC dan karakteristik PCC berbahan dasar limbah asbuton. Penelitian ini menggunakan metode *pH-swing* dengan asam sulfat (H_2SO_4) sebagai pelarut dan basa amonium hidroksida (NH_4OH) sebagai peningkat pH larutan. Amonium bikarbonat (NH_4HCO_3) digunakan sebagai sumber CO_3 dalam proses karbonasi. Produk sintesis PCC kemudian diuji XRD, FTIR, dan SEM dengan tujuan memperoleh persentase kristalinitas, struktur, ukuran, *wavenumber*, dan morfologi kristal PCC. Metodologi penelitian dilakukan dengan metode eksperimen dan analisis data yang bersifat kuantitatif/statistik. Sintesis PCC dilakukan dengan mencampurkan limbah asbuton terkalsinasi selama 5 jam pada suhu $900^\circ C$ dengan asam sulfat dan amonium hidroksida untuk menghasilkan kalsium hidroksida ($Ca(OH)_2$). Selanjutnya, $Ca(OH)_2$ dicampurkan dengan NH_4HCO_3 dengan variasi suhu karbonasi $30^\circ C$, $50^\circ C$, dan $70^\circ C$. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa dengan meningkatnya suhu karbonasi, terjadi peningkatan pada volume kristal dan persentase kristalinitas kalsit. Pada pengujian FTIR, terdeteksi adanya gugus Ca-O dan C-O, dengan puncak *wavenumber* yang mengindikasikan dominasi kristal kalsit dan sedikit vaterit, tanpa adanya kristal aragonit pada semua variasi suhu karbonasi. Analisis SEM menunjukkan bahwa morfologi kalsit (kubus), meningkat seiring dengan kenaikan suhu karbonasi. PCC dengan suhu karbonasi $70^\circ C$ merupakan PCC yang paling optimal untuk memenuhi standar ISO 3262-2:1998.

Kata kunci: Limbah asbuton; *pH-swing*; dan *precipitated calcium carbonate*

Abstract

Buton asphalt (Asbuton) is one of the natural resources in Indonesia that has not been utilized optimally. In fact, asbuton contains calcium minerals which can be utilized, one of which is Precipitated Calcium Carbonate (PCC). PCC is a useful material in the industrial field. Asbuton waste contains around 25.5% Ca which has potential as a basic ingredient for making PCC. This research aims to find out the process of making PCC and the characteristics of PCC made from asbuton waste. This research uses the pH-swing method with sulfuric acid (H_2SO_4) as a solvent and basic ammonium hydroxide (NH_4OH) as an increase in the pH of the solution. Ammonium bicarbonate (NH_4HCO_3) is used as a CO_3 source in the carbonation process. The PCC synthesis product was then tested by XRD, FTIR and SEM with the aim of obtaining the percentage of crystallinity, structure, size, wave number and morphology of the PCC crystals. The research methodology was carried out using experimental methods and quantitative/statistical data analysis. PCC synthesis was carried out by mixing calcined asbuton waste for 5 hours at a temperature of $900^\circ C$ with sulfuric acid and ammonium hydroxide to produce calcium hydroxide ($Ca(OH)_2$). Next, $Ca(OH)_2$ is mixed with NH_4HCO_3 with carbonation temperature variations of $30^\circ C$, $50^\circ C$, and $70^\circ C$. The results of XRD characterization show that with increasing carbonation temperature, there is an increase in crystal volume and percentage of calcite crystallinity. In the FTIR test, the presence of Ca-O and C-O groups was detected, with wavenumber peaks indicating the dominance of calcite crystals and a little vaterite, without the presence of aragonite crystals at all variations in carbonation temperature. SEM analysis shows that the morphology of calcite (cubes), increases with increasing carbonation temperature. PCC with a carbonation temperature of $70^\circ C$ is the most optimal PCC to meet ISO 3262-2:1998 standards.

Keywords: *Asbuton waste; pH-swing; and precipitated calcium carbonate*

1. Pendahuluan

Dalam beberapa waktu terakhir, pemerintah Indonesia terus berupaya dan berkomitmen untuk mengatasi permasalahan serius yang ditimbulkan oleh limbah hasil industri yang dihasilkan di masa industrialisasi saat ini. Seiring dengan pertumbuhan populasi manusia dan perkembangan industri yang pesat, jumlah limbah yang dihasilkan juga terus meningkat. Salah satu industri yang menghasilkan limbah dalam jumlah besar dan berpotensi membahayakan lingkungan adalah industri aspal. Kebutuhan akan aspal saat ini masih sangat tinggi, terutama untuk pembangunan infrastruktur negara seperti pembangunan jalan. Aspal terdiri dari campuran kompleks senyawa organik dan mengandung bahan beracun seperti *polycyclic aromatic hydrocarbons* (PAHs), yang memiliki karsinogen yang tinggi [1]. Jika pembuangan dan pengelolaan limbah aspal tidak tepat, hal itu dapat berbahaya bagi lingkungan dan makhluk hidup di sekitarnya.

Kepentingan dalam negeri terhadap ketersediaan aspal untuk pembangunan jalan di Indonesia belum terpenuhi secara optimal. Indonesia masih harus mengimpor aspal secara rutin dalam jumlah besar dari berbagai negara [2]. Saat ini, kebutuhan aspal Indonesia mencapai sekitar 1,8 miliar ton, sementara produsen lokal hanya dapat memenuhi sekitar 344 juta ton, yang menyebabkan sisa kebutuhan harus diimpor dari Singapura [3]. Untuk mengatasi masalah ini, pemerintah Indonesia secara serius menggalakkan pengoptimalan sumber daya alam lokal, seperti asbuton (aspal buton).

Asbuton adalah aspal alami yang ditemukan di Kabupaten Buton, Sulawesi Tenggara, Indonesia. Asbuton ini jumlahnya mencapai sekitar 700 juta ton atau sekitar 80% dari total cadangan aspal alami di seluruh dunia [4]. Meskipun jumlah asbuton tersebut sangat banyak, sayangnya pemanfaatan asbuton masih sangat terbatas, padahal asbuton memiliki potensi yang sangat besar untuk digunakan dalam berbagai hal. Oleh karena itu, pemerintah saat ini sedang berupaya meningkatkan pemanfaatan asbuton untuk memaksimalkan sumber daya alam yang ada [5]. Proses pengolahan aspal buton melibatkan pemurnian batuan yang berasal dari Pulau Buton dengan cara memisahkan kandungan mineral dan meningkatkan kadar bitumen dari 13-20% menjadi sekitar 55-60% [6]. Limbah asbuton padat yang dihasilkan dari proses ini memiliki kandungan Ca dan Mg dalam jumlah yang cukup tinggi [7]. Dengan demikian, terdapat peluang besar untuk mengubah limbah asbuton tersebut menjadi produk yang bernilai tinggi, salah satunya menjadi produk *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) atau CaCO_3 .

CaCO_3 adalah mineral yang sangat serbaguna yang digunakan di banyak industri karena memiliki sifat fisik padat, berwarna putih, tidak berbau, memiliki titik lebur 825°C dan secara kimia memiliki berat molekul 100,09 g/mol. CaCO_3 banyak diaplikasikan sebagai bahan dasar dalam beberapa industri, contohnya industri kimia, karet, plastik, kertas, pelapis, obat-obatan, pestisida, *filler* pada cat, agregat pada semen dan sebagai *acid reducer* [8]. Kalsium karbonat (CaCO_3) dapat diperoleh dari dua sumber, yaitu *ground calcium carbonate* (GCC) dan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). GCC diperoleh melalui ekstraksi dari bumi dan dapat ditemukan dalam berbagai jenis dan kuantitas, seperti *calcite*, *aragonite*, *vaterite*, batu kapur, kapur, marmer atau *travertine* [9]. Di sisi lain, PCC dapat hadir dalam tiga bentuk kristal yang berbeda, yaitu *calcite* (rhombohedral), *aragonite* (orthorombik), dan *vaterite* (heksagonal), dan dapat ditemukan secara alami dalam bentuk kapur, batu gamping, marmer, cangkang siput dan cangkang kerang [10]. PCC dapat dihasilkan atau dibuat dari bahan yang mengandung kalsium menggunakan beberapa metode, antara lain metode *solway*, karbonasi, dan kaustik soda [11].

Metode karbonasi mineral dapat dibagi menjadi dua kategori, yaitu karbonasi langsung (*direct carbonation*) dan karbonasi tidak langsung (*indirect carbonation*) atau *pH-swing* [12]. Pada karbonasi langsung, CO_2 bereaksi langsung dengan mineral kalsium atau magnesium-silikat dengan tekanan/suhu tinggi, keterbatasan difusi, dan memanfaatkan partikel yang sangat kecil, sehingga karbonasi langsung memerlukan biaya yang tinggi dan memiliki efisiensi karbonasi yang relatif rendah [13]. Selain itu, karbonasi langsung juga mengalami kinetika reaksi yang lambat, konversi yang rendah, dan memerlukan waktu lama [14]. Sedangkan untuk metode karbonasi tidak langsung, metode ini terdiri dari dua reaksi berturut-turut. Proses pertama yaitu ekstraksi Ca atau Mg dari mineral dengan menggunakan berbagai bahan kimia dalam suasana asam. Setelah itu, dilanjutkan dengan karbonasi Ca dan Mg yang diekstraksi dalam kondisi basa. Metode karbonasi tidak langsung telah menarik banyak perhatian karena karakteristik karbonasi yang lebih ringan (menghindari operasi suhu dan tekanan tinggi), efisiensi karbonasi yang lebih tinggi, dan produk hasil yang lebih murni.

Dalam proses karbonasi, metode yang umum digunakan untuk memasukkan CO_3^{2-} ke dalam larutan kalsium adalah dengan metode konvensional, yaitu dengan memasukkan atau menginjeksikan langsung gas CO_2 ke dalam larutan kalsium. Namun, baru-baru ini ditemukan metode alternatif, yaitu dengan menambahkan NH_4HCO_3 ke dalam larutan kalsium. Dalam proses ini, ion Ca^{2+} akan berikatan langsung dengan ion CO_3^{2-} untuk membentuk CaCO_3 . Hasil dari penggunaan metode ini menunjukkan bahwa penambahan NH_4HCO_3 dapat meningkatkan laju reaksi karbonasi dan efisiensi [15]. Jika NH_4HCO_3 yang dibutuhkan untuk karbonasi kalsium disediakan oleh proses penangkapan CO_2 amonia-air, proses penangkapan dan penyimpanan CO_2 dapat diintegrasikan menggunakan NH_4HCO_3 sebagai penghubung. Metode baru ini dianggap sebagai pilihan prospektif untuk proses karbonasi di masa depan.

Berdasarkan uraian di atas, limbah padat asbuton yang memiliki kandungan mineral kalsium (Ca) akan diteliti sebagai bahan dasar baru dalam proses sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) menggunakan pelarut asam sulfat (H_2SO_4) dengan metode karbonasi tidak langsung menggunakan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3). Diharapkan dengan adanya temuan dari penelitian ini, limbah asbuton dapat dimanfaatkan lebih lanjut dengan cara lain agar memiliki nilai jual tinggi, sehingga dapat membantu perekonomian pemerintah Indonesia, serta mampu mengurangi limbah industri dan ramah lingkungan.

2. Bahan dan Metode Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Proses sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) menggunakan beberapa alat antara lain saringan ukuran 100 *mesh*, *furnance chamber*, timbangan digital, *magnetic stirrer*, gelas *beaker*, pH meter digital, *vacuum filtration*, kertas saring Whatman no. 42, pompa vakum, termometer, mortar, cawan, oven, *software Highscore*, *software Originlab*, alat uji XRD, alat uji FTIR, dan alat uji SEM. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain limbah asbuton, larutan asam sulfat 2M, larutan NH₄OH, larutan NH₄HCO₃ 2M, dan akuades.

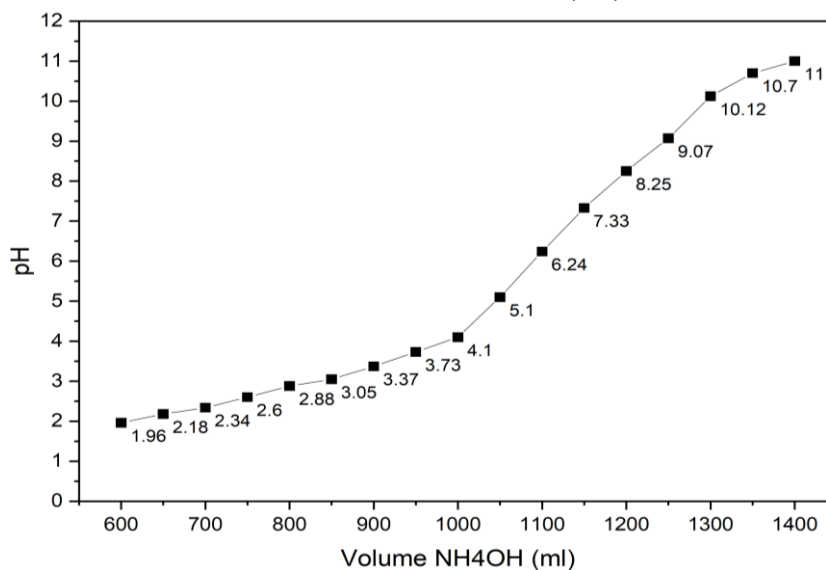
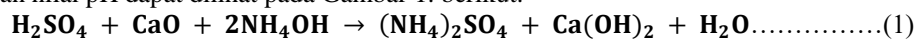
2.2 Metode Penelitian

Penelitian ini dimulai dengan mempersiapkan bahan dasar yang akan digunakan, yaitu limbah asbuton. Limbah asbuton dihaluskan dan disaring terlebih dahulu menggunakan saringan berukuran 100 *mesh*. Limbah asbuton dengan ukuran butiran 100 *mesh* dikalsinasi menggunakan *furnace chamber* pada suhu 900°C, dengan laju pemanasan 7,2°C/menit dan *holding time* selama 5 jam. Proses sintesis dimulai dengan mencampurkan 17 gram limbah asbuton terkalsinasi dengan 600 ml larutan asam sulfat (H₂SO₄), kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada kecepatan 1200 rpm dan suhu 60°C. Setelah pengadukan selesai, campuran tersebut ditambahkan dengan larutan amonium hidroksida (NH₄OH) hingga mencapai pH 11. Campuran kemudian disaring menggunakan pompa vakum di dalam *vacuum filtration*, sehingga didapatkan filtrat berupa kalsium hidroksida (Ca(OH)₂). Filtrat (Ca(OH)₂) kemudian dikarbonasi selama 30 menit menggunakan amonium bikarbonat (NH₄HCO₃) dengan variasi suhu karbonasi 30°C, 50°C, dan 70°C. Setelah karbonasi selesai, larutan kemudian disaring kembali untuk memperoleh endapannya yang berupa serbuk kalsium karbonat (CaCO₃) atau PCC yang berwarna putih susu. Serbuk kemudian dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan zat pengotor. Setelah itu, serbuk dikeringkan di dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan airnya. PCC kemudian dikarakterisasi dengan metode uji XRD, FTIR, dan SEM.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Ekstraksi Asbuton

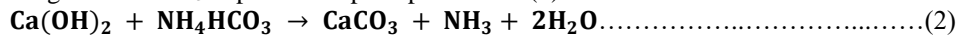
Langkah awal dalam sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dengan metode *pH-swing* dan karbonasi menggunakan NH₄HCO₃ adalah tahap ekstraksi asbuton. Tujuan dari ekstraksi asbuton adalah untuk melarutkan kalsium (Ca) yang terdapat di dalam asbuton terkalsinasi serta menurunkan nilai pH, dikarenakan proses ekstraksi asbuton harus berlangsung dalam lingkungan asam. Pada penelitian ini, proses ekstraksi asbuton dilakukan menggunakan asam sulfat yang merupakan asam kuat. Proses ekstraksi asbuton dilakukan dengan mencampurkan 17 gram asbuton terkalsinasi dengan 600 ml larutan H₂SO₄ 2M. Campuran tersebut kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* pada kecepatan 1200 rpm, suhu 60°C, selama 30 menit. Setelah proses ekstraksi asbuton selesai, langkah berikutnya adalah menambahkan larutan NH₄OH 2M ke dalam larutan hingga pH mencapai 11. Tujuan dari penambahan larutan basa NH₄OH 2M ini adalah untuk menciptakan suasana basa pada larutan, sehingga dapat meningkatkan derajat karbonasi dan pengendapan kalsium karbonat, serta menghilangkan zat pengotor pada larutan. Penambahan NH₄OH 2M dilakukan secara bertahap sambil diukur pH nya agar memudahkan mengontrol nilai pH yang diinginkan. Dibutuhkan sebanyak 1400 ml NH₄OH agar larutan mencapai pH 11. Persamaan reaksi untuk proses ekstraksi asbuton dapat dilihat pada persamaan (1) dan grafik penambahan nilai pH dapat dilihat pada Gambar 1. berikut.



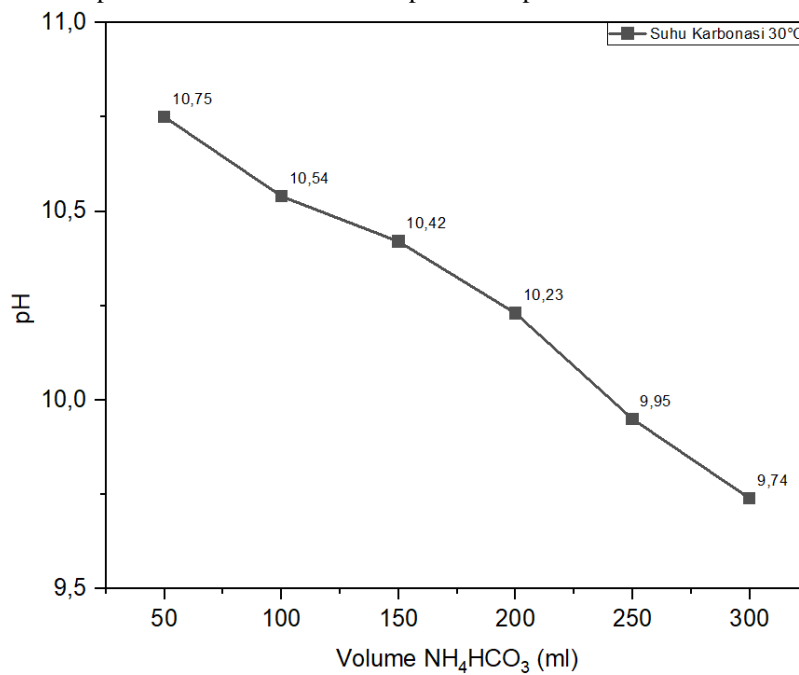
Gambar 1. Grafik penambahan pH ekstraksi asbuton

3.2 Karbonasi

Tahap kedua dalam sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) adalah proses karbonasi. Sumber karbonat (CO_3) diperoleh dari larutan NH_4HCO_3 sebagai pengganti karbon dioksida dalam proses karbonasi. Penggunaan NH_4HCO_3 mampu meningkatkan efisiensi karbonasi dan kemurnian *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) [16]. Proses karbonasi ini dilakukan dengan menambahkan 300 ml larutan NH_4HCO_3 ke dalam larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Ketika selesai ditambahkan, maka larutan akan terlihat berubah menjadi berwarna putih susu. Waktu yang dibutuhkan untuk proses karbonasi adalah sekitar 30 menit atau hingga larutan kembali bening, yang menandakan kalsium karbonat telah mengalami pengendapan sempurna. Langkah selanjutnya adalah menyaring hasil karbonasi dengan menggunakan kertas saring Whatman no.42 dengan tujuan untuk mendapatkan endapan padat yang merupakan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Proses karbonasi ini dapat dijelaskan secara sederhana melalui reaksi kimia antara $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan NH_4HCO_3 . Persamaan reaksi kimia $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan NH_4HCO_3 dapat dilihat pada persamaan (2) berikut.



Dalam penelitian ini dilakukan karbonasi menggunakan variasi suhu karbonasi yaitu 30°C , 50°C , dan 70°C . Proses karbonasi dilakukan dengan cara memanaskan larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ hingga mencapai suhu 30°C , 50°C , dan 70°C , kemudian larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ditambahkan dengan larutan NH_4HCO_3 dengan waktu karbonasi selama 30 menit dan suhu yang tetap. Pada saat karbonasi berlangsung, perubahan pH dicatat untuk mengetahui pengaruh suhu karbonasi terhadap perubahan pH. Perubahan pH karbonasi pada suhu karbonasi 30°C dapat dilihat pada Gambar 2. berikut.



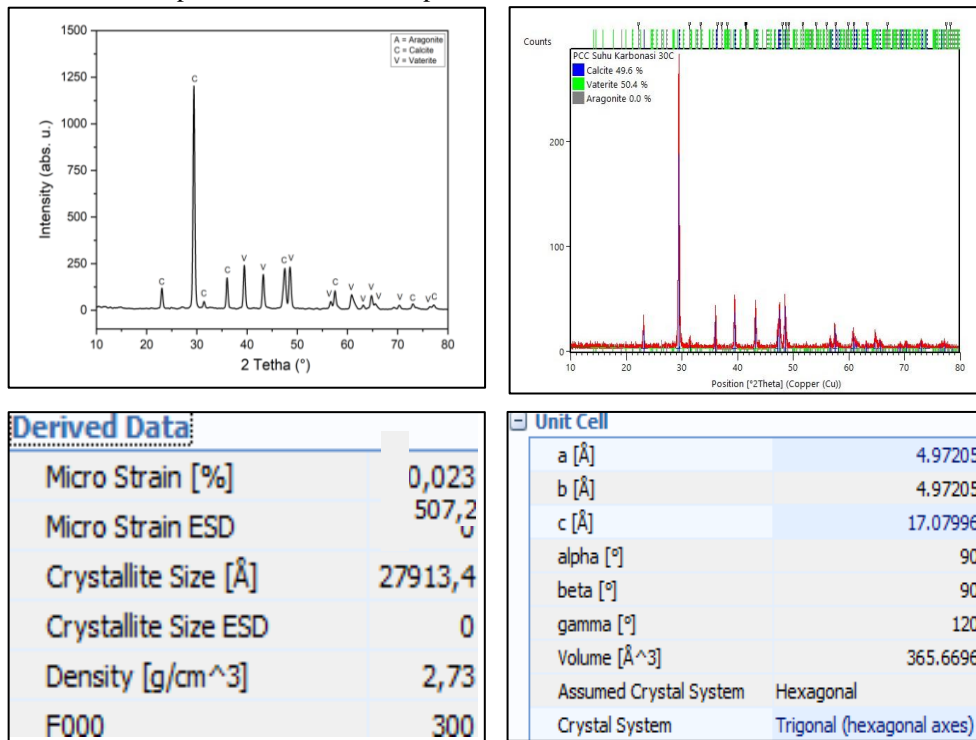
Gambar 2. Perubahan pH suhu karbonasi 30°C

pH dalam proses karbonasi terus menurun seiring dengan peningkatan suhu karbonasi. Perubahan ini dapat dijelaskan oleh prinsip reaksi kimia dalam keadaan setimbang. Ketika suatu sistem kimia dalam keadaan setimbang mengalami perubahan, sistem merespons dengan menggeser kesetimbangan untuk menangkal perubahan tersebut. Salah satu faktor yang dapat memengaruhi kesetimbangan dalam sistem kimia adalah suhu, yang mempengaruhi keadaan kesetimbangan dan tingkat pH. Kenaikan suhu cenderung menggeser kesetimbangan sistem, menyerap panas berlebih, dan menyebabkan pembentukan ion H^+ , sehingga mengakibatkan penurunan pH larutan. Setelah proses karbonasi selesai, PCC yang diperoleh dari penyaringan perlu dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan kotoran dan menormalisasi pH karena biasanya masih bersifat basa. Setelah dicuci, PCC kemudian dioven pada suhu 110°C selama 2 jam dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam PCC. PCC yang dihasilkan kemudian ditimbang untuk mengetahui pengaruh suhu karbonasi terhadap massa PCC yang dihasilkan. PCC dengan suhu karbonasi 30°C menghasilkan sebanyak 1,7 gram. Berdasarkan massa produk yang dihasilkan dari sintesis PCC, dapat dihitung rendemen yang dihasilkan oleh suhu karbonasi 30°C . Perhitungan %Rendemen dilakukan dengan membandingkan massa CaO yang digunakan dengan hasil PCC yang dihasilkan. Persamaan %Rendemen dapat dilihat pada persamaan (3) berikut.

$$\begin{aligned} \%Rendemen &= \frac{\text{Massa } \text{CaCO}_3}{\text{Massa } \text{CaO}} \times 100\% \dots \dots \dots (3) \\ &= \frac{1,7 \text{ gr}}{17 \text{ gr}} \times 100\% \\ &= 10\% \end{aligned}$$

3.3 Karakterisasi XRD

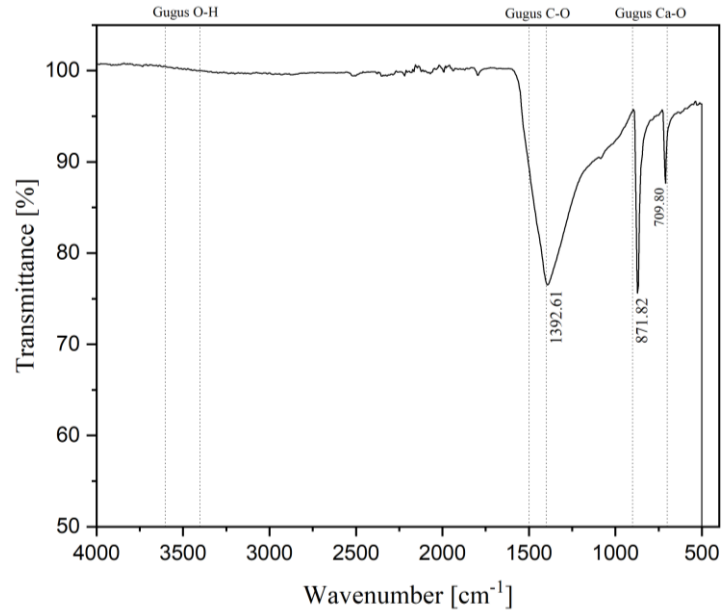
Pengujian XRD dilakukan pada sudut 2θ dimulai dari sudut awal 10° dan sudut akhir 80° dengan kecepatan baca $2^\circ/\text{menit}$. Hasil pengujian XRD pada PCC dengan suhu karbonasi 30°C menunjukkan *peaks* dominan terletak pada $2\theta = 29,42^\circ$; $39,46^\circ$; dan $48,55^\circ$ dengan intensitas relatif sebesar 1204,12; 241,19; dan 232,39. Data hasil pengujian XRD *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) berbahan dasar limbah asbuton kemudian dibandingkan dengan *peak* 2θ dan intensitas relatif *Joint Committee for Powder Diffraction Data Standards* (JCPDS) dengan kode 96-900-0967 untuk kalsit, JCPDS kode 96-901-3566 untuk vaterit, dan JCPDS kode 96-500-0086 untuk aragonit. Hasil perbandingan menunjukkan bahwa kristal kalsit yang dihasilkan memiliki persentase yang hampir sama dengan kristal vaterit, sedangkan kristal aragonit tidak terbentuk pada suhu ini. Berdasarkan analisis *Rietveld*, dapat diketahui persentase kristalinitas yang terdapat dalam *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) limbah asbuton dengan suhu karbonasi 30°C adalah 49,6% kristal kalsit, 50,4% kristal vaterit, dan 0% kristal aragonit. Selain itu, informasi rata-rata ukuran kristal dapat diketahui yaitu $507,2 \text{ \AA}$ atau $50,72 \text{ nm}$, *density* sebesar $2,73 \text{ g/cm}^3$, dan volume kristal sebesar $365,6696 \text{ \AA}^3$. Difraktogram XRD dan analisis *Rietveld* PCC limbah asbuton pada suhu 30°C dilihat pada Gambar 3. berikut.



Gambar 3. Difraktogram XRD dan analisis *Rietveld* PCC limbah asbuton suhu karbonasi 30°C

3.4 Karakterisasi FTIR

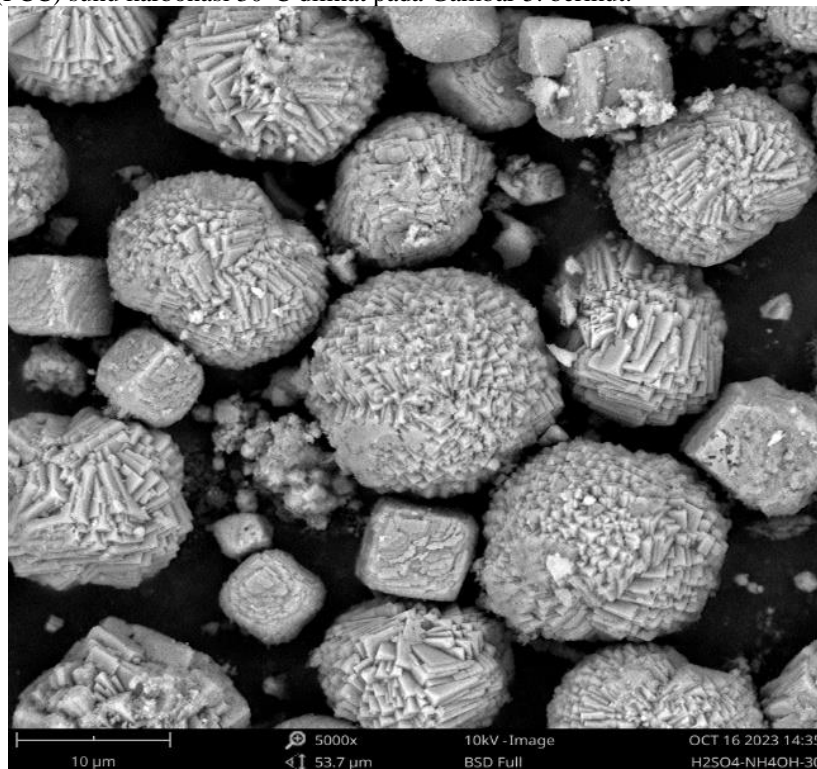
Pengujian FTIR dilakukan menggunakan alat *spectrometer* dengan daerah analisa pada *wavenumber* antara $4000\text{-}500 \text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR sampel PCC berbahan dasar limbah asbuton dengan suhu karbonasi 30°C , menunjukkan puncak terjadi pada *wavenumber* $1392,61 \text{ cm}^{-1}$ (ν_3); $871,82 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2); dan $709,80 \text{ cm}^{-1}$ (ν_4). Puncak pada *wavenumber* $1392,61 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya getaran pada gugus C–O pada CaCO_3 , sementara puncak pada *wavenumber* $871,82 \text{ cm}^{-1}$ dan $709,80 \text{ cm}^{-1}$ (ν_4) mengindikasikan adanya getaran pada gugus Ca–O pada CaCO_3 . Hasil karakterisasi FTIR PCC berbahan dasar limbah asbuton dengan suhu karbonasi 30°C tidak menunjukkan adanya puncak getaran pada gugus O–H, yang menandakan bahwa PCC tersebut telah dicuci dan dikeringkan dengan baik, sehingga tidak mengandung air (H_2O) maupun sisa kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Puncak pada *wavenumber* $1392,61 \text{ cm}^{-1}$ (ν_3) dan $709,80 \text{ cm}^{-1}$ (ν_4) mengindikasikan kandungan fase kalsit, sedangkan puncak pada *wavenumber* $871,82 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2) mengindikasikan kandungan fase vaterit, dan tidak terlihat adanya kadar aragonit. Spektra FTIR PCC berbahan dasar limbah asbuton dengan suhu karbonasi 30°C dapat dilihat pada Gambar 4. berikut.



Gambar 4. Spektra PCC limbah asbuton suhu karbonasi 30°C

3.5 Karakterisasi SEM

Pengujian SEM dilakukan menggunakan alat dengan perbesaran pada tingkat 500X, 1000X, 5000X, dan 10000X, untuk mengamati PCC berbahan dasar limbah asbuton dengan suhu karbonasi 30°C secara jelas dan rinci. Hasil pengujian SEM menunjukkan bentuk morfologi yang sebagian besar berbentuk bulat (*spherical*) dan hanya sedikit yang berbentuk kubus (*rhombohedral*). Hal ini mengindikasikan bahwa mayoritas partikel yang terbentuk memiliki struktur kristal vaterit. Adanya sedikit bentuk kubus (*rhombohedral*) pada hasil pengujian SEM menunjukkan keberadaan kalsit dalam PCC tersebut, meskipun dalam jumlah yang sedikit. Namun, tidak terlihat adanya bentuk jarum (*cluster*) yang mengindikasikan tidak adanya struktur kristal aragonit dalam PCC pada suhu karbonasi 30°C. Morfologi pengujian SEM *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) suhu karbonasi 30°C dilihat pada Gambar 5. berikut.



Gambar 5. Morfologi PCC limbah asbuton suhu karbonasi 30°C

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) yang telah dilakukan sebelumnya, dapat diketahui bahwa penelitian ini bertujuan untuk melengkapi sejumlah penelitian terdahulu, yakni mengenai pembuatan PCC dari limbah asbuton dengan metode karbonasi langsung dengan variasi laju aliran CO₂ [17], [18], pembuatan PCC dari limbah asbuton dengan metode karbonasi langsung yang akan diaplikasikan sebagai *filler* PVC [19], [20] serta pembuatan PCC dengan metode *pH-swing* dengan menggunakan asam asetat variasi temperatur karbonasi [21].

Pada penelitian ini, telah berhasil dilakukan sintesis dan karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari limbah asbuton dengan metode *pH-swing* dan variasi suhu karbonasi. Proses sintesis melibatkan ekstraksi asbuton terkalsinasi menggunakan asam sulfat dan NH₄OH serta NH₄HCO₃ sebagai sumber CO₃²⁻. Hasil penelitian menunjukkan bahwa suhu karbonasi memengaruhi persentase rendemen, persentase kristalinitas, ukuran, *density*, volume kristal, dan morfologi PCC. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa dengan meningkatnya suhu karbonasi, terjadi peningkatan pada volume kristal dan persentase kristalinitas kalsit. Pada pengujian FTIR, terdeteksi adanya gugus Ca-O dan C-O, dengan puncak *wavenumber* yang mengindikasikan dominasi kristal kalsit dan sedikit vaterit, tanpa adanya kristal aragonit pada semua variasi suhu karbonasi. Analisis SEM menunjukkan bahwa morfologi kalsit (kubus), meningkat seiring dengan kenaikan suhu karbonasi. PCC dengan suhu karbonasi 70°C merupakan PCC yang paling optimal untuk memenuhi standar ISO 3262-2:1998.

5. Daftar Pustaka

- [1] A. Nagalli *et al.*, "Potential of environmental contamination associated with disposal of asphalt waste in soil," *Electron. J. Geotech. Eng.*, vol. 20, no. 14, pp. 5957–5968, 2015.
- [2] A. K. Lubis, D. Kumalasari, and A. Nurdin, "Pengaruh Variasi Jumlah Lintasan Pemadatan Terhadap Kepadatan Perkerasan Asphalt Concrete Binder Course," *J. Talent. Sipil*, vol. 5, no. 1, p. 85, 2022, doi: 10.33087/talentsipil.v5i1.100.
- [3] A. Efendy and E. Ahyudanari, "Analisis Perbandingan Kadar Aspal Optimum (KAO) untuk Perbedaan Gradasi (BBA, FAA dan BM)," *J. Apl. Tek. Sipil*, vol. 17, no. 1, p. 7, 2019, doi: 10.12962/j2579-891x.v17i1.4706.
- [4] H. A. A. Hasyir and S. B. Wasono, "Analysis Mixed Layer Asphalt Surface as Asbuton Ac-Wc Characteristics of Marshall," *IJIEEB Int. J. Integr. Educ. Eng. Bus.*, vol. 3, no. 2, pp. 132–143, 2020, doi: 10.29138/ijieeb.v3i2.1173.
- [5] A. Kafabihi, B. Wedyantadji, and E. I. Imananto, "Penggunaan Aspal Buton Pada Campuran AC-WC (Asphalt Concrete - Wearing Course)," *Gelagar*, vol. 2, no. 2, pp. 36–44, 2020.
- [6] S. Surlianti and I. Agus, "Ekstraksi Aspal Buton Dengan Menggunakan Asam Cuka," *J. Media Inov. Tek. Sipil UNIDAYAN*, vol. 10, no. 1, pp. 1–4, 2021, doi: 10.55340/jmi.v10i1.663.
- [7] A. Nuryanto and Sutrisno, "Aspal Buton (Asbuton) Sebagai Bahan Bakar Roket Padat," *J. Teknol. Dirgant.*, vol. 7, no. 1, pp. 36–45, 2009, [Online]. Available: http://kliping.lapan.go.id/index.php/jurnal_tekgan/article/view/179
- [8] C. M. Woodall, N. McQueen, H. Pilorgé, and J. Wilcox, "Utilization of mineral carbonation products: current state and potential," *Greenh. Gases Sci. Technol.*, vol. 9, no. 6, pp. 1096–1113, 2019, doi: 10.1002/ghg.1940.
- [9] O. Kilic, "Cycle of limestone-lime and precipitated calcium carbonates," *Posvetovanje Rud. geotehnoških Strok.*, no. april, pp. 1–5, 2015.
- [10] F. Liendo, M. Arduino, F. A. Deorsola, and S. Bensaid, "Factors controlling and influencing polymorphism, morphology and size of calcium carbonate synthesized through the carbonation route: A review," *Powder Technol.*, vol. 398, p. 117050, 2022, doi: 10.1016/j.powtec.2021.117050.
- [11] N. Jamarun, Y. -, and S. Arief, "Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (Pcc) Dari Batu Kapur Dengan Metoda Kaustik Soda," *J. Ris. Kim.*, vol. 1, no. 1, pp. 20–24, 2007, doi: 10.25077/jrk.v1i1.54.
- [12] W. Liu *et al.*, "CO₂ mineral carbonation using industrial solid wastes: A review of recent developments," *Chem. Eng. J.*, vol. 416, no. November 2020, 2021, doi: 10.1016/j.cej.2021.129093.
- [13] S. J. Gerdemann, W. K. O'Connor, D. C. Dahlin, L. R. Penner, and H. Rush, "Ex situ aqueous mineral carbonation," *Environ. Sci. Technol.*, vol. 41, no. 7, pp. 2587–2593, 2007, doi: 10.1021/es0619253.
- [14] C. A. Myers, T. Nakagaki, and K. Akutsu, "Quantification of the CO₂ mineralization potential of ironmaking and steelmaking slags under direct gas-solid reactions in flue gas," *Int. J. Greenh. Gas Control*, vol. 87, no. December 2018, pp. 100–111, 2019, doi: 10.1016/j.ijggc.2019.05.021.
- [15] L. He, D. Yu, W. Lv, J. Wu, and M. Xu, "A novel method for CO₂ sequestration via indirect carbonation of coal fly ash," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 52, no. 43, pp. 15138–15145, 2013, doi: 10.1021/ie4023644.
- [16] A. Azdarpour, M. A. Karaei, H. Hamidi, E. Mohammadian, M. Barati, and B. Honarvar, "CO₂ sequestration using red gypsum via pH-swing process: Effect of carbonation temperature and NH₄HCO₃ on the process

- efficiency,” *Int. J. Miner. Process.*, vol. 169, pp. 27–34, 2017, doi: 10.1016/j.minpro.2017.09.014.
- [17] M. Ambarita, A. P. Bayuseno, and R. Ismail, “Pengaruh Variasi Laju Aliran Co2 Pada Sintesis Dan Karakterisasi Precipitated Calcium Carbonate (Pcc) Bahan Dasar Limbah Asbuton,” *J. Tek. Mesin*, vol. 9, no. 3, pp. 349–354, 2021, [Online]. Available: <https://ejournal3.undip.ac.id/index.php/jtm>
- [18] H. N. Kholid, A. P. Bayuseno, and R. Ismail, “Sintesis dan Karakterisasi Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Berbahan Limbah Asbuton,” *J. Tek. Mesin S-1*, vol. 9, no. 3, pp. 325–330, 2021.
- [19] Y. K. Sinaga, A. P. Bayuseno, and R. Ismail, “Pembuatan Komposit Polivinil Klorida (PVC) Menggunakan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Padat Hasil Ekstraksi Aspal Buton Dengan Konsentrasi HNO₃,” *J. Tek. Mesin*, vol. 11, no. 3, pp. 43–50, 2023, [Online]. Available: <https://ejournal3.undip.ac.id/index.php/jtm/article/view/40005>
- [20] F. Adam, A. Priharyoto Bayuseno, and R. Ismail, “Pengaruh Penggunaan Precipitated Calcium Carbonate (Pcc) Hasil Ekstraksi Aspal Buton Sebagai Filler Komposit Polivinil Klorida,” *J. Tek. Mesin S-1*, vol. 11, no. 3, pp. 17–24, 2023.
- [21] D. Ardiyansyah, A. P. Bayuseno, and R. Ismail, “SINTESIS DAN KARAKTERISASI PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) DARI LIMBAH EKSTRAKSI ASBUTON MENGGUNAKAN PELARUT ASAM ASETAT (CH₃COOH) DENGAN METODE pH-SWING,” *J. Tek. Mesin S-1*, vol. 11, no. 3, pp. 195–200, 2023.