

PRODUKSI PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) MORFOLOGI KALSIK DARI LIMBAH ASBUTON MENGGUNAKAN PELARUT ASAM ASETAT (CH_3COOH) DAN AMONIUM BIKARBONAT (NH_4HCO_3) MELALUI METODE KARBONASI SEBAGAI MATERIAL *COATING* PADA TANGKI BIODISEL

*Claudio Ginting¹, Athanasius Priharyoto Bayuseno², Jamari²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

²Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

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

*E-mail: claudioginting03@gmail.com

Abstrak

Aspal buton (Asbuton) merupakan salah satu sumber daya alam Indonesia yang belum dimanfaatkan secara optimal hingga saat ini. Padahal, asbuton mengandung mineral kalsium yang dapat dimanfaatkan, salah satunya menjadi Precipitated Calcium Carbonate (PCC). PCC dengan morfologi kalsit, yang berpotensi diaplikasikan sebagai material pelapis (*coating*) pada tangki biodiesel. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi ekstraksi optimal dari limbah aspal Buton menggunakan metode Soxhlet dengan pelarut N-Hexane. Proses produksi PCC dilakukan melalui metode karbonasi dengan menggunakan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3) sebagai agen presipitasi dan asam asetat (CH_3COOH) sebagai pelarut untuk melarutkan senyawa kalsium dari limbah asbuton. Metode ini melibatkan reaksi kimia yang menghasilkan PCC dengan struktur kristal kalsit yang optimal untuk aplikasi pelapisan. Karakterisasi produk PCC dilakukan menggunakan teknik analisis XRD, SEM, dan FTIR untuk menentukan sifat kristalografi, morfologi, dan komposisi kimianya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa PCC yang dihasilkan memiliki kemurnian tinggi, ukuran partikel yang seragam, serta sifat fisik dan kimia yang sesuai untuk aplikasi sebagai pelapis tangki biodiesel. Penggunaan PCC berbasis limbah asbuton ini memberikan nilai tambah pada material limbah sekaligus berkontribusi terhadap pengembangan teknologi ramah lingkungan dalam industri biodiesel dengan metode pelapisan *thermal spray coating*.

Kata Kunci: asbuton; kalsit; pcc; soxhlet; *thermal spray coating*

Abstract

Buton asphalt (Asbuton) is one of Indonesia's natural resources that has not been optimally utilized until now. In fact, asbuton contains calcium minerals that can be utilized, one of which is Precipitated Calcium Carbonate (PCC). PCC with calcite morphology, which has the potential to be applied as a coating material on biodiesel tanks. This study aims to evaluate the optimal extraction of Buton asphalt waste using the Soxhlet method with N-Hexane solvent. The PCC production process is carried out through the carbonation method using ammonium bicarbonate (NH_4HCO_3) as a precipitation agent and acetic acid (CH_3COOH) as a solvent to dissolve calcium compounds from asbuton waste. This method involves a chemical reaction that produces PCC with an optimal calcite crystal structure for coating applications. Characterization of PCC products was carried out using XRD, SEM, and FTIR analysis techniques to determine their crystallographic properties, morphology, and chemical composition. The results of the study showed that the PCC produced had high purity, uniform particle size, and physical and chemical properties suitable for application as a biodiesel tank coating. The use of PCC based on asbuton waste provides added value to waste materials while contributing to the development of environmentally friendly technologies in the biodiesel industry with *thermal spray coating* method.

Keywords: asbuton; calcite; soxhlet; pcc; *thermal spray coating*

1. Pendahuluan

Korosi terhadap logam—khususnya baja karbon rendah—merupakan masalah serius dalam lingkungan yang agresif, seperti penyimpanan biodiesel, karena dapat menyebabkan degradasi struktural, kehilangan massa, dan tingginya biaya operasional [1]. Untuk mencegah hal ini, pelapisan anorganik seperti Precipitated Calcium Carbonate (PCC) telah dikembangkan sebagai penghalang fisik yang mampu memperlambat penetrasi ion agresif seperti klorida dan asam lemak. [2]. PCC diproduksi melalui karbonasi larutan kalsium dan dalam prosesnya dapat menghasilkan berbagai polimorf, termasuk kalsit, aragonit, dan vaterit. Di antara ketiganya, kalsit sangat diunggulkan karena kestabilan termodinamikanya yang tinggi dan struktur rhombohedralnya yang padat—memberikan efisiensi pelapisan optimal terhadap korosi[3].

Studi sebelumnya menunjukkan bahwa aplikasi komposit Zn- CaCO_3 pada permukaan baja melalui metode electrodeposisi menunjukkan potensi perlindungan tinggi terhadap lingkungan biodiesel. Sebuah studi melaporkan bahwa

pelapisan Zn-CaCO₃ pada mild steel meningkatkan resistansi korosi secara signifikan dan menurunkan laju korosi hingga mencapai nilai sangat rendah pada kondisi simulasi biodiesel[4]. Hal ini menunjukkan bahwa pengisian dengan CaCO₃ memperkuat kekompakan lapisan dan menutup celah difusi ion korosif. Memanfaatkan sumber kalsium alami seperti limbah asbuton (aspal Buton) untuk sintesis PCC tidak hanya bersifat ramah lingkungan, tetapi juga berpotensi meningkatkan nilai tambah limbah industri[5]. Oleh karena itu, penelitian ini fokus pada sintesis PCC dari limbah asbuton pada suhu karbonasi 60°C dan mengevaluasi performa coating-nya dalam menurunkan laju korosi baja karbon rendah akibat paparan biodiesel selama 24 jam perendaman.

2. Dasar Teori

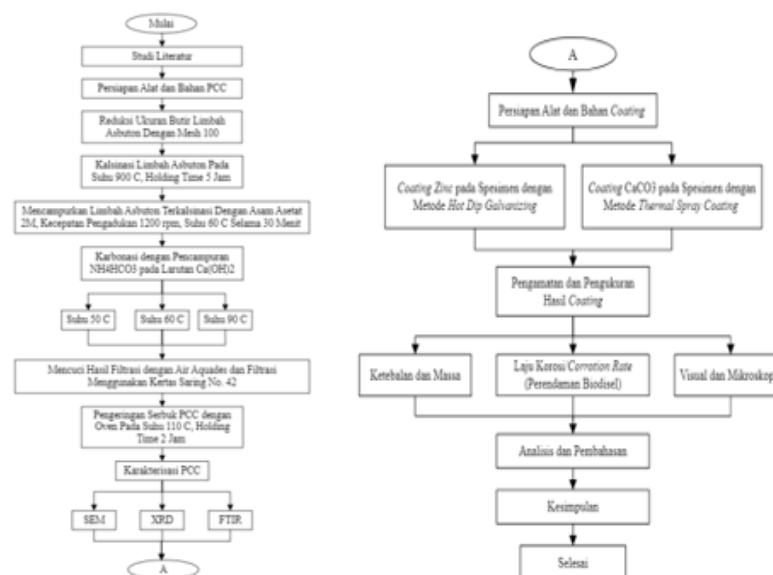
Korosi pada baja karbon rendah dalam lingkungan biodiesel disebabkan oleh sifat asam lemak bebas, air, dan mikroba yang terkandung di dalamnya. Hal ini dapat memicu reaksi elektrokimia yang mempercepat degradasi permukaan logam, menghasilkan kehilangan massa dan kerusakan mekanis serius pada tangki penyimpanan[6]. Penelitian oleh Shehzad et al. (2021) melaporkan bahwa biodiesel dapat menyebabkan pitting corrosion dan pembentukan senyawa oksida besi seperti lepidokrosit dan magnetit, terutama pada kondisi kelembapan dan suhu tinggi [7]. Untuk meningkatkan perlindungan terhadap korosi, pelapisan permukaan dengan material anorganik telah banyak diteliti. Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dikenal efektif sebagai barrier coating karena struktur kristalnya yang kompak, khususnya bentuk rhombohedral kalsit, yang mampu menghambat difusi ion korosif[7]. Selain itu, penelitian yang memadukan seng (Zn) dengan PCC—seperti oleh Fardilah et al. (2025)—menunjukkan bahwa komposit Zn-CaCO₃ mampu meningkatkan resistansi korosi secara signifikan pada mild steel dalam kondisi biodiesel simulasi, dengan nilai polarisation resistance amat tinggi (~4.2 kΩ) dan laju korosi sangat rendah[8].

PCC yang dihasilkan dari bahan limbah seperti asbuton, cangkang telur, atau marmer menawarkan rute sintesis lebih ramah lingkungan dan berkelanjutan. Atikpo et al. (2021) berhasil menghasilkan CaCO₃ dari limbah cangkang telur yang, dalam susunan komposit dua lapis Zn-CaCO₃, mampu mengurangi laju korosi baja hingga 68,9% saat direndam dalam biodiesel *Jatropha curcas* [9]. Selain efisiensi pelindung, morfologi partikel PCC sangat memengaruhi performa lapisan. Struktur kristal kalsit yang seragam menutup pori mikro dan memperpanjang jalur difusi ion korosif. Upaya modifikasi seperti penambahan stearat atau polifosfat dapat meningkatkan sifat hidrofobik permukaan, sehingga meningkatkan kemampuan penghalang air dan ion[10].

Dengan demikian, sintesis PCC dari limbah asbuton pada suhu karbonasi 60 °C diharapkan menghasilkan morfologi kristal kalsit yang optimal. Evaluasi laju korosi selama 24 jam perendaman diharapkan memperlihatkan performa coating yang menggabungkan kelebihan barrier fisik PCC dan potensi perlindungan tambahan dari metode kombinasi seng-PCC. Pendekatan ini mendukung pengembangan pelapis ramah lingkungan dan ekonomis untuk perlindungan tangki biodiesel [11].

3. Bahan dan Metode Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan dengan beberapa proses yang dilewati. Proses-proses yang dilakukan pada penelitian kali ini disajikan pada diagram alir seperti Gambar 1.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

3.1 Alat dan Bahan

Proses sintesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC) menggunakan beberapa Alat antara lain saringan ukuran 100 mesh, furnace 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 asetat 2M, larutan NaOH, larutan NH_4HCO_3 2M, dan akuades. Proses thermal spray coating menggunakan alat antara lain; thermal gun, gas, oksigen serta alat pelindung diri yang lengkap.

3.2 Proses Sintesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC)

Penelitian ini diawali dengan tahap persiapan bahan baku, yaitu limbah asbuton yang digunakan sebagai sumber kalsium. Limbah tersebut terlebih dahulu dihaluskan dan disaring menggunakan ayakan berukuran 100 mesh guna memperoleh ukuran partikel yang seragam. Selanjutnya, serbuk limbah yang telah disaring mengalami proses kalsinasi pada suhu 900°C di dalam furnace chamber dengan laju pemanasan sebesar $7,2^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan waktu penahanan (*holding time*) selama 5 jam, untuk mengubah senyawa karbonat menjadi kalsium oksida (CaO). Tahap sintesis diawali dengan mencampurkan 17 gram limbah asbuton yang telah dikalsinasi ke dalam 600 mL larutan asam Asetat (CH_3COOH). Proses pencampuran dilakukan menggunakan magnetic stirrer pada suhu 60°C dengan kecepatan putar 1200 rpm selama 30 menit. Setelah homogen, larutan kemudian ditambahkan larutan natrium hidroksida (NaOH) hingga mencapai pH 11 untuk mengendapkan senyawa kalsium dalam bentuk kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Endapan yang terbentuk disaring menggunakan pompa vakum pada unit filtrasi vakum, sehingga diperoleh filtrat $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Filtrat hasil tersebut kemudian dikarbonasi selama 30 menit dengan menambahkan larutan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3), dengan variasi suhu karbonasi yaitu 50°C , 60°C , dan 90°C . Setelah proses karbonasi selesai, larutan kembali disaring untuk memperoleh endapan putih berupa serbuk Precipitated Calcium Carbonate (PCC). Serbuk PCC kemudian dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan sisa pengotor, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam hingga diperoleh serbuk kering bebas air. Produk akhir PCC selanjutnya dikarakterisasi menggunakan metode analisis X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), dan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengidentifikasi struktur kristal, gugus fungsi, serta morfologi permukaannya.



Gambar 2. Proses Sintesis PCC

3.3 Proses Pelapisan

Selama beberapa dekade, teknologi thermal spray telah banyak dimanfaatkan dalam industri teknik, terutama sebagai metode perlindungan permukaan komponen serta untuk keperluan rekondisi (reclamation). Teknik ini telah terbukti efektif dalam memberikan lapisan pelindung terhadap keausan dan korosi, dan telah diterapkan secara luas di berbagai sektor industri seperti 30 ` kedirgantaraan, otomotif, pembangkit listrik, petrokimia, serta industri lepas pantai. Seiring waktu, kemajuan dalam desain dan performa peralatan thermal spray telah memperluas cakupan aplikasinya ke bidang-bidang baru, termasuk biomedis, material dielektrik, dan pelapisan elektronik

Salah satu teknik dalam kelompok thermal spray adalah flame spray coating. Dalam metode ini, serbuk pelapis kering dialirkan ke dalam spray gun menggunakan prinsip gravitasi yang dibantu oleh modul penggetar dan tekanan udara tinggi. Serbuk tersebut kemudian dipanaskan dalam ruang bakar menggunakan campuran gas asetilena dan oksigen yang

dikontrol pada tekanan dan kecepatan tertentu hingga mencair. Parameter penting dalam proses ini meliputi tekanan udara, tekanan dan laju alir asetilena serta oksigen, jarak penyemprotan, dan suhu operasi.

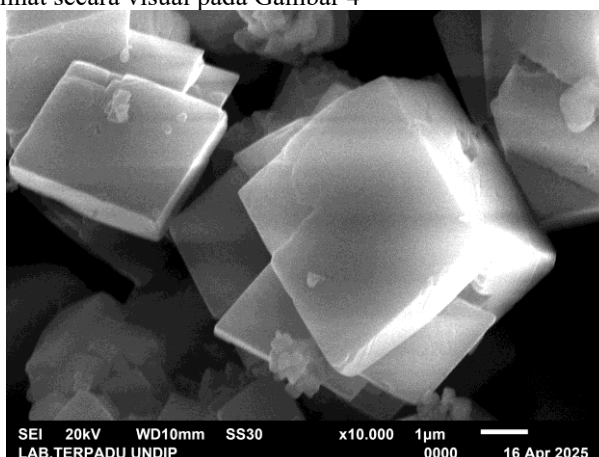


Gambar 3. Proses Pelapisan

4. Hasil dan Pembahasan

4.1 Karakterisasi SEM

Pengamatan morfologi PCC dilakukan menggunakan alat Scanning Electron Microscopy (SEM) pada tingkat pembesaran berturut-turut sebesar 500x, 1000x, 5000x, dan 10000x. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk memperoleh gambaran visual yang lebih rinci terhadap bentuk partikel PCC yang disintesis dari limbah asbuton pada suhu karbonasi 60°C. Berdasarkan hasil citra SEM, diketahui bahwa morfologi partikel PCC pada suhu tersebut didominasi oleh bentuk kubus, sementara partikel berbentuk bulat hanya teramati dalam jumlah yang sangat terbatas. Dominasi partikel berbentuk kubus menunjukkan bahwa struktur kristal yang terbentuk sebagian besar merupakan kalsit, yang merupakan salah satu bentuk metastabil dari kalsium karbonat. Keberadaan partikel berbentuk bulat yang sedikit mengindikasikan adanya fase vaterit dalam jumlah kecil pada sampel. Namun, tidak ditemukan partikel dengan bentuk menyerupai jarum atau cluster yang biasanya menjadi indikasi keberadaan struktur kristal aragonit. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa pada suhu karbonasi 60°C, morfologi PCC yang terbentuk adalah kalsit. Citra morfologi hasil pengamatan SEM terhadap PCC pada suhu karbonasi 60°C dapat dilihat secara visual pada Gambar 4



Gambar 4. Citra Morfologi SEM Suhu 60°C

4.2 Perhitungan Laju Korosi

Perhitungan laju korosi pada penelitian ini menggunakan metode kehilangan berat. Formula untuk menghitung laju korosi dengan metode kehilangan berat adalah sebagai berikut.

$$CR \left(\frac{mm}{year} \right) = \frac{k \times w}{A \times T \times D}$$

Keterangan:

CR = Laju korosi (mm/year)
k = Konstanta
w = Berat Hilang
A = Luas Area
T = Waktu
D = Densitas

4.3 Hasil Pengujian Perendaman Biodiesel

Spesimen pada perhitungan ini dilakukan perendaman biodiesel selama 24 jam dengan cara spesimen tergantung pada wadah. Perendaman ke biodiesel dapat dilihat pada gambar 5 berikut.



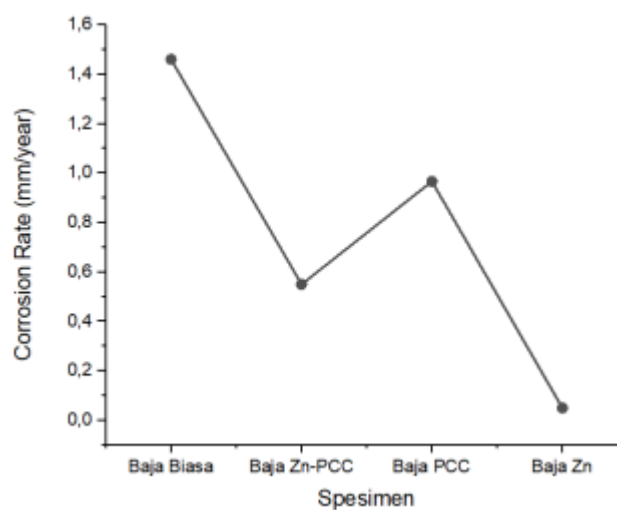
Gambar 5. Proses Perendaman Biodiesel

Tabel 1. Hasil Laju Korosi Perendaman 24 jam

Spesimen	Panjang (mm)	Lebar (mm)	Tebal(mm)	Berat Sebelum (gr)	Berat Setelah (gr)	Laju korosi (mm/year)
Baja Biasa	20	20	0	14,4978	14,4731	1,46034774
Baja Zn-PCC	23,62	20	0	7,9725	7,9615	0,550042255
Baja PCC	20,16	21,12	0	10,0536	10,0362	0,966761213
Baja Zn	20,14	19,14	0	8,2786	8,2778	0,049172606

4.4 Analisis Laju Korosi

Setelah didapatkan nilai laju korosi dalam perendaman biodiesel selama 24 jam, maka dapat kita analisis Tingkat laju korosinya. Pada pengujian perendaman Biodiesel 1 hari didapatkan nilai Corrosion rate pada baja biasa sebesar 1,46034774 mm/year. Pada baja Zn-PCC nilainya lebih kecil dibandingkan baja biasa yaitu 0,550042255 mm/year. Pada baja PCC didapatkan sebesar 0,966761213 mm/year sedikit lebih tinggi dari baja Zn-PCC. Baja Zn jauh lebih rendah sebesar 0,049172066 mm/year. Grafik analisis laju pada perendaman biodiesel dapat dilihat pada Gambar 6 berikut.



Gambar 6. Grafik Analisis Laju Korosi 24 Jam

5. Kesimpulan

Berdasarkan hasil uji eksperimental yang telah dilakukan untuk mengetahui apakah PCC dapat dijadikan material coating menggunakan metode thermal spray coating diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Berdasarkan hasil uji laju korosi dalam biodiesel selama 24 jam ketahui bahwa baja tanpa pelapisan (baja biasa) memiliki laju korosi tertinggi, sedangkan baja yang dilapisi seng (baja Zn) menunjukkan laju korosi terendah. Pelapisan dengan Zn-PCC dan PCC juga mampu menurunkan laju korosi, namun efektivitasnya masih di bawah baja Zn. Secara keseluruhan, urutan ketahanan korosi dari yang paling baik hingga paling buruk adalah: Baja Zn > Baja Zn-PCC > Baja PCC > Baja Biasa.
2. Berdasarkan data dari nilai Corrosion Rate pada penelitian ini, disimpulkan bahwa penambahan PCC dalam coating tangka biodiesel dapat menurunkan nilai Corrosion Rate dari tangki biodiesel. Hal ini menunjukan bahwa penambahan PCC dapat menghambat terjadinya korosi pada tangki biodiesel. Maka, dengan itu disimpulkan bahwa PCC dapat menghambat korosi terjadi.

6. Daftar Pustaka

- [1] N. Erdogan and H. A. Eken, "Precipitated Calcium Carbonate Production," *Physicochem. Probl. Miner. Process.*, vol. 53, no. 1, pp. 57–68, 2017, [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.5277/ppmp170105%5Cnwww.minproc.pwr.wroc.pl/journal/>
- [2] Ö. Cizer, C. Rodriguez-Navarro, E. Ruiz-Agudo, J. Elsen, D. Van Gemert, and K. Van Balen, "Phase and morphology evolution of calcium carbonate precipitated by carbonation of hydrated lime," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 16, pp. 6151–6165, 2012, doi: 10.1007/s10853-012-6535-7.
- [3] P. Jiang *et al.*, "Tunable corrosion protection of calcium carbonate (CaCO₃) coating on biomedical Mg₂Zn_{0.2}Ca alloy," *Mater. Des.*, vol. 222, p. 111073, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.111073.
- [4] V. A. Fardilah, Y. M. Pusparizkita, M. Tauviqirrahman, J. Jamari, and A. P. Bayuseno, "Mild-Carbon Steels As a Storage Tank Material for Biodiesel Product: a Corrosion Assessment," *Rasayan J. Chem.*, vol. 17, no. 3, pp. 767–775, 2024, doi: 10.31788/RJC.2024.1738804.
- [5] N. M. Ahmed, M. G. Mohamed, and W. M. Abd El-Gawad, "The assessment of anticorrosive behavior of calcium carbonate from different sources in alkyd-based paints," *Prog. Org. Coatings*, vol. 128, no. October 2018, pp. 168–180, 2019, doi: 10.1016/j.porgcoat.2018.10.012.
- [6] A. Shehzad *et al.*, "Current research and development status of corrosion behavior of automotive materials in biofuels," *Energies*, vol. 14, no. 5, pp. 1–36, 2021, doi: 10.3390/en14051440.
- [7] V. A. Fardilah *et al.*, "Electrodeposited Zn and Zn–CaCO₃ composite on mild steel for biodiesel storage tanks: Corrosion resistance evaluation," *Results in Surfaces and Interfaces*, vol. 18, no. October 2024, 2025, doi: 10.1016/j.rsufi.2025.100426.
- [8] E. Atikpo, V. S. Aigbodion, and D. V. Von Kallon, "CaCO₃-derived from eggshell waste for improving the corrosion resistance of zinc composite coating on mild steel for biodiesel storage tank," *Chem. Data Collect.*, vol. 37, no. August 2021, p. 100794, 2022, doi: 10.1016/j.cdc.2021.100794.
- [9] S. Wardhani, R. M. Iqbal, D. Darjito, D. Kurniasari, and S. Q. Ayuningtyas, "Surface Modification of Precipitated Calcium Carbonate(PCC)-Derived From Indonesia's Limestone using Sodium Tripolyphosphate and Sodium Stearic," *Biointerface Res. Appl. Chem.*, vol. 14, no. 4, pp. 1–12, 2024, doi: 10.33263/BRIAC144.087.
- [10] X. Mei *et al.*, "Phase transition and morphology evolution of precipitated calcium carbonate (PCC) in the CO₂ mineralization process," vol. 328, no. July, 2022.
- [11] G. P. Ag, P. Mikhailenko, G. Webber, and H. Baaj, "Evaluation of solvents for asphalt extraction," *Road Mater. Pavement Des.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–12, 2021, doi: 10.1080/14680629.2019.1661277.