



**SKRIPSI –TK 141581**

**STUDI PEMURNIAN GARAM RAKYAT  
MENGUNAKAN METODE PENCUCIAN  
DENGAN BRINE**

**Oleh:**

**Aulia Faizatun Nabila  
NRP. 0221134000068**

**Ratih Khoirunnisa  
NRP. 0221134000150**

**Dosen Pembimbing :**

**Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng.  
NIP. 19611021 198603 1 001**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH  
NOPEMBER  
SURABAYA 2018**



**FINAL PROJECT – TK141581**

**STUDY OF SALT PURIFICATION USE  
WASHING METHOD**

**Proposed by :**

**Aulia Faizatun Nabila  
NRP. 0221134000068**

**Ratih Khoirunnisa  
NRP. 0221134000150**

**Advisor :**

**Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng.  
NIP. 19611021 198603 1 001**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH  
NOPEMBER  
SURABAYA 2018**

## LEMBAR PENGESAHAN

### STUDI PEMURNIAN GARAM RAKYAT DENGAN METODE PENCUCIAN DENGAN BRINE

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik  
Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

**Aulia Faizatun Nabila 0221134000068**

**Ratih Khoirunnisa 02211340000150**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Prof. Dr. Ir.Tri Widjaja, M.Eng ..... (Pembimbing)
2. Prof. Dr. Arief Widjaja, M.Eng ..... (Penguji I)
3. Setiyo Gunawan, S.T, Ph.D ..... (Penguji II)
4. Hakun W. A., S.T, M.T., Ph.D ..... (Penguji III)



# **STUDI PEMURNIAN GARAM RAKYAT MENGUNAKAN METODE PENCUCIAN DENGAN BRINE**

Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng  
Disusun Oleh : Aulia Faizatun Nabila  
NRP : 0221134000068  
Ratih Khoirunnisa  
NRP : 0221134000150

## **ABSTRAK**

Indonesia masih melakukan impor garam untuk memenuhi kebutuhan nasional terutama dari Australia. Garam seperti yang kita kenal sehari-hari dapat didefinisikan sebagai suatu kumpulan senyawa kimia yang bagian utamanya adalah Natrium Klorida dengan zat-zat pengotor terdiri dari  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$  dan lain-lain. Pengotor tersebut mempengaruhi kemurniaan suatu garam, terutama pada garam lokal. Salah satu yang menjadi kendala adalah kualitas garam lokal yang dihasilkan di Indonesia masih belum memenuhi standar garam industri. Berbagai proses pemurnian garam hingga saat ini masih terus dikembangkan untuk dapat meningkatkan kualitas garam di Indonesia. Pada proses pemurnian garam dengan metode pencucian, kristal garam dengan variasi ukuran kasar, 10-20 mesh, dan 20-35 mesh dikontakan pada brine dengan konsentrasi 23 °Be dengan perbandingan garam dan larutan brine yang dipakai 1:20, 1:40, 1:60, dan lama pengadukan dengan variasi 10, 30, 60 menit serta kecepatan pengadukan dengan variasi 100, 200, 300 RPM. Kadar NaCl tertinggi 94,45% diperoleh pada proses pencucian dengan menggunakan garam rakyat ukuran 20-35 mesh, perbandingan 1:60 dengan waktu pencucian 10 menit pada kecepatan 100 RPM. Pada proses tersebut dapat menurunkan  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  sebesar 95,556%.

Kata kunci : brine, garam, pencucian

## **STUDY OF SALT PURIFICATION USE WASHING METHOD**

Advisor : Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng  
Proposed by : Aulia Faizatun Nabila  
NRP : 0221134000068  
Ratih Khoirunnisa  
NRP : 02211340000150

### **ABSTRACT**

Indonesia is still importing salt, especially from Australia, to fulfill national needs. Salt can be defined as a chemical compounds whose main part is Sodium Chloride with impurities composed of  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$ . The impurities affect the purity of a salt, especially in local salts. One of the obstacles is that the quality of local salt which produced in Indonesia not as good as industry salt standards. Various processes of salt purification are still being developed to improve salt quality in Indonesia. In the process of salt purification by brine washing method, salt crystals with variation of coarse size of 10-20 mesh, and 20-35 mesh, contacted on brine with concentration of 23 oBe with the ratio of salt and brine solution used 1:20, 1:40, 1:60, variations of stirring duration for 10, 30, 60 minute and stirring speed variation of 100, 200, 300 rpm. The highest NaCl content of 94.45% was obtained at washing process using salt of 20-35 mesh, at a ratio of 1:60 with a washing time of 10 minutes at a speed of 100 RPM. The process also can decrease  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Mg}^{2+}$  levels by 95,556%.

Keywords : brine, salt, washing

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah kehadirat Allah SWT Yang Maha Mengetahui terhadap setiap yang ada di bumi dan di langit, hanya karena rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Skripsi ini berjudul “Studi Pemurnian Garam Rakyat Menggunakan Metode Pencucian dengan Brine” Penulisan skripsi ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak. Oleh sebab itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Juwari, S.T., M.Eng, Ph.D selaku ketua departemen Teknik Kimia FTI-ITS
2. Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng selaku dosen pembimbing yang telah banyak memberikan masukan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.Sc yang telah banyak memberikan masukan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Orang tua dan seluruh keluarga besar yang selalu mendoakan, memberikan dukungan dan semangat pada penulis mulai awal perkuliahan hingga mengerjakan skripsi ini.
5. Rekan-rekan Teknik Kimia terutama angkatan 2013 dan semua pihak yang telah banyak membantu hingga terselesainya skripsi ini.

Skripsi ini tentunya masih terdapat banyak kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran demi penyempurnaan skripsi ini. Akhirnya, penulis berharap agar skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Surabaya, Januari 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	iii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	iv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	viii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
I.1 Latar Belakang.....	I-1
I.2 Rumusan Masalah.....	I-3
I.3 Batasan Penelitian.....	I-4
I.3 Tujuan Penelitian.....	I-4
I.4 Manfaat Penelitian.....	I-4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1 Garam.....	II-1
II.2 Proses Produksi Garam Rakyat.....	II-3
II.3 Proses Pemurnian Garam.....	II-4
II.4 Derajat Baume.....	II-8
II.5 Potensi Garam rakyat di Indonesia.....	II-8
II.6 Titrasi Komplek EDTA.....	II-11
II.7 <i>Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)</i> .....	II-16
II.8 Titrasi Argentometri.....	II-17
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
III.1 Deskripsi Penelitian.....	III-1
III.2 Diagram Alir Penelitian.....	III-1
III.3 Bahan dan Alat Penelitian.....	III-2
III.4 Variabel Penelitian.....	III-2
III.5 Prosedur Penelitian.....	III-3
III.6 Jadwal Penelitian.....	III-5
<b>BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>	IV-1
IV.1 Proses Pemurnian Garam Dengan Metode Pencucian.....	IV-1
IV.2 Penurunan Kadar $\text{Ca}^{2+}$ dan $\text{Mg}^{2+}$ .....	IV-3
IV.3 Mekanisme Larutnya Ca dan Mg	

dengan Brine.....	IV-6
IV.4 Penurunan $\text{Ca}^{2+}$ dan $\text{Mg}^{2+}$ pada berbagai ukuran partikel .....	IV-9
IV.5 Penurunan $\text{Ca}^{2+}$ dan $\text{Mg}^{2+}$ pada berbagai perbandingan garam dan Brine.....	IV-14
IV.6 Kualitas garam hasil pencucian pada berbagai waktu pencucian.....	IV-20
IV.7 Kualitas garam hasil pencucian.....	IV-20
IV.8 Hilang garam.....	IV-22
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>V-1</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>ix</b>
<b>APPENDIKS A.....</b>	<b>A-1</b>
<b>APPENDIKS B.....</b>	<b>B-1</b>
<b>BIODATA PENULIS</b>	



## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Gambaran proses pembuatan garam rakyat.....	II-4
<b>Gambar 2.2</b> Struktur EDTA.....	II-12
<b>Gambar 2.3</b> Enam ikatan koordinasi kompleks logam - EDTA.....	II-13
<b>Gambar 2.4</b> Diagram EDTA.....	II-14
<b>Gambar 2.5</b> Struktur Eriochrome Black T.....	II-16
<b>Gambar 3.1</b> Alur rancangan penelitian secara umum....	III-1
<b>Gambar 3.2</b> Prosedur titrasi EDTA.....	III-4
<b>Gambar 4.1</b> Struktur ikatan ion logam yang dikelilingi air.....	IV-7
<b>Gambar 4.2</b> Struktur ikatan ion logam $\text{Na}^{2+}$ dan $\text{Mg}^{2+}$ yang dikelilingi air.....	IV-8
<b>Gambar 4.3</b> Grafik penurunan Ca pada ukuran kasar	IV-11
<b>Gambar 4.4</b> Grafik penurunan Mg pada ukuran kasar	IV-11
<b>Gambar 4.5</b> Grafik penurunan Ca pada ukuran 10-20 mesh.....	IV-12
<b>Gambar 4.6</b> Grafik penurunan Mg pada ukuran 10-20 mesh.....	IV-12
<b>Gambar 4.7</b> Grafik penurunan Ca pada ukuran 20-35 mesh.....	IV-13
<b>Gambar 4.8</b> Grafik penurunan Mg pada ukuran 20-35 mesh.....	IV-13
<b>Gambar 4.9</b> Grafik penurunan Ca pada perbandingan 1:20.....	IV-15
<b>Gambar 4.10</b> Grafik penurunan Mg pada perbandingan 1:20 .....	IV-15
<b>Gambar 4.11</b> Grafik penurunan Ca pada perbandingan 1:40 .....	IV-16
<b>Gambar 4.12</b> Grafik penurunan Mg pada perbandingan 1:40 .....	IV-17
<b>Gambar 4.13</b> Grafik penurunan Ca pada perbandingan 1:60 .....	IV-18

<b>Gambar 4.14</b> Grafik penurunan Mg pada perbandingan 1:60 .....	IV-18
--	-------

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Sifat fisik garam.....	II-1
<b>Tabel 2.2</b> Standar kualitas garam industri menurut SNI 06-0303-1989.....	II-2
<b>Tabel 2.3</b> Data kelarutan komponen garam dalam 100 g air pada suhu 30°C.....	II-2
<b>Tabel 2.4</b> Produksi, Luas Lahan, dan Produktivitas Garam Rakyat menurut Kabupaten/Kota tahun 2015..	II-9
<b>Tabel 2.5</b> Produksi Garam Rakyat Pulau Madura tahun 2015.....	II-10
<b>Tabel 2.6</b> Produksi Garam Rakyat di Nusa Tenggara Timur tahun 2015.....	II-10
<b>Tabel 2.7</b> Indikator Metalokromat .....	II-15
<b>Tabel 3.1</b> Variabel Pemurnian Garam dengan metode Pencucian.....	III-2
<b>Tabel 3.2</b> Jadwal penelitian.....	III-5
<b>Tabel 4.1</b> Spesifikasi garam rakyat kualitas 1 .....	IV-2
<b>Tabel 4.2</b> Parameter penentuan momen dipole .....	IV-7
<b>Tabel 4.3</b> Penurunan kadar Ca dan Mg setelah pencucian .....	IV-9
<b>Tabel 4.4</b> Tabel hasil analisa NaCl.....	IV-20

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **I.1 Latar Belakang**

Indonesia merupakan salah satu negara maritim terbesar di dunia dengan luas laut 70 persen dari total luas wilayah Indonesia. Letak geografis tersebut menyebabkan Indonesia mempunyai potensi sumber daya mineral yang besar, salah satunya adalah garam. Namun dengan melimpahnya sumber daya mineral yang tersedia, Indonesia masih belum dapat memanfaatkan sumber daya mineral secara optimal, sehingga Indonesia masih melakukan impor garam untuk memenuhi kebutuhan garam nasional. Menurut Sekjen Asosiasi Industri Pengguna Garam Indonesia, produksi garam nasional pada 2016 hanya mencapai 144.000 ton dari kebutuhan sebanyak 4,1 juta ton. Adapun dari kebutuhan 4,1 juta ton, 780.000 ton untuk konsumsi publik, sedangkan 3,3 juta ton digunakan untuk keperluan industri (bbc.com). Maka dengan adanya pengembangan industri dengan teknologi yang efektif dan efisien masalah-masalah tersebut dapat ditekan, ditunjang dengan tersedianya bahan baku garam yang melimpah, maka dibutuhkan industri yang bisa memanfaatkan bahan baku garam tersebut. Salah satu industri yang perlu dikembangkan di Indonesia adalah industri pemurnian garam (NaCl).

Garam memiliki peran strategis yaitu sebagai bahan pokok bagi kebutuhan konsumsi dan juga merupakan bahan baku berbagai industri. Kebutuhan konsumsi antara lain digunakan untuk konsumsi rumah tangga, industri makanan, industri minyak goreng, industri pengasinan dan pengawetan ikan. Sedangkan kebutuhan industri antara lain untuk industri perminyakan, tekstil dan penyamakan kulit, industri pakan ternak, industri chlor alkali (CAP). Dalam industri farmasi garam digunakan sebagai bahan-bahan medis dan obat-obatan, produk susu dan turunannya, dan juga dapat digunakan untuk mencegah terjadinya penyakit gondok dengan ditambahkan

iodium serta aplikasi-aplikasi lainnya (Statistik.kkp.go.id, 2014).

Dengan banyaknya permintaan garam dari berbagai bidang industri, maka produksi peningkatan kapasitas garam harus dilakukan untuk memenuhi kebutuhan garam. Penggunaan teknologi proses yang efektif dan efisien merupakan salah satu solusi untuk mengatasi masalah tersebut. Proses pembuatan garam di Indonesia sebagian besar masih menggunakan teknologi konvensional yang memanfaatkan tenaga panas matahari. Proses ini memakan waktu lama dan menghasilkan garam dengan kualitas yang masih rendah, untuk itu bisa dilakukan dengan teknik membrane pada meja garam yang bisa menghasilkan kadar NaCl sekitar 88%. Sedangkan menurut Permendag No 58 tahun 2012, garam konsumsi adalah garam yang dipergunakan untuk konsumsi dengan kadar NaCl paling sedikit 94,7 % dihitung dari basis kering dan garam industri biasanya dipergunakan sebagai bahan baku atau bahan penolong untuk kebutuhan industri dengan kadar NaCl paling sedikit 97% dihitung dari basis kering. Maka dari itu, garam yang dihasilkan oleh petani garam dengan metode konvensional masih belum dapat memenuhi standart garam konsumsi dan industri yang ditetapkan oleh Permendag, sehingga diperlukannya pemurnian lebih lanjut. Teknologi pemurnian garam yang dikembangkan di Indonesia umumnya masih melibatkan proses pencucian, pelarutan, pengendapan, evaporasi, dan rekristalisasi, di mana proses-proses ini dilakukan untuk mereduksi pengotor yang terkandung dalam kristal garam. Reduksi pengotor yang terdapat di permukaan kristal dapat dilakukan dengan proses pencucian, baik menggunakan air ataupun larutan garam jenuh (Martina, 2016).

Proses pencucian menggunakan air dapat mengakibatkan hilang garam 10-40%. Persentase kehilangan garam ini bergantung pula pada kondisi garam dan kadar NaCl yang terkandung dalam garam yang dicuci. Pada umumnya proses

pemurniaan garam terdapat dua metode yaitu dengan pencucian dan rekristalisasi. Pada metode rekristalisasi, kristal garam dilarutkan dalam air, dilanjutkan dengan penambahan bahan pengendap, seperti NaOH, NaH,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ , dan  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  untuk mengendapkan pengotor yang kemudian dapat difiltrasi untuk memisahkan pengotor tersebut dari larutan garam bersihnya. Larutan garam bersih ini kemudian dipanaskan hingga membentuk kristal garam yang lebih murni. Proses ini membutuhkan energi panas yang cukup besar untuk dapat menguapkan sisa air dan mengkristalkan kembali garam yang sudah dimurnikan. Sedangkan pencucian menggunakan larutan garam jenuh dapat meminimalisasi kehilangan garam karena pada proses ini kristal garam yang dicuci menggunakan larutan garam jenuh, sehingga hanya pengotor saja yang akan larut sedangkan kristal garam tidak akan ikut larut. Bahan baku yang digunakan berupa garam yang masih segar, sehingga memungkinkan hilang garam hanya 1-2%. Selanjutnya, reduksi pengotor yang terdapat di dalam Kristal dilakukan dengan metode hydromilling, dimana kristal garam dikecilkan ukurannya dan dicuci kembali menggunakan larutan garam jenuh. Pengecilan ukuran ini berfungsi untuk melepaskan pengotor yang terjebak di dalam kisi Kristal (Martina,2016). Teknologi ini memungkinkan pemurnian garam dengan perpindahan massa dan energi yang lebih efisien karena luas kontak antara larutan garam jenuh dan partikel kristal garam lebih besar. Untuk memperoleh garam hasil pemurnian pun tidak dibutuhkan energi panas yang besar karena garam hasil pemurnian sudah berupa kristal, sehingga hanya dibutuhkan panas untuk proses pengeringan saja.

## **I.2 Rumusan Masalah**

Dari uraian diatas bisa dirumuskan permasalahan penelitian ini sebagai berikut:

1. Bagaimana menaikkan kualitas garam rakyat untuk diproduksi menjadi garam industri.

2. Bagaimana menentukan teknik proses yang paling efisien untuk pengolahan garam rakyat menjadi garam industri.

### **I.3 Batasan Penelitian**

1. Garam rakyat dan Brine jenuh yang digunakan berasal dari Madura.
2. Proses pencucian garam dilakukan secara batch.

### **I.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mempelajari proses pemurniaan garam dengan metode pencucian.
2. Mempelajari pengaruh variabel-variabel proses (ukuran garam, waktu proses, kecepatan pengadukan, perbandingan brine dan garam) terhadap kemurniaan yang dihasilkan.
3. Menentukan kondisi terbaik pada proses pemurniaan garam rakyat dengan metode pencucian.

### **I.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat menaikkan kualitas garam rakyat sehingga memiliki nilai jual yang lebih tinggi.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### II.1 Garam

Garam dapat didefinisikan sebagai suatu kumpulan senyawa kimia yang berupa padatan berwarna putih berbentuk kristal dengan bagian utamanya adalah Natrium Klorida (NaCl) dengan zat-zat pengotor terdiri dari  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$  dan lain-lain. Garam mempunyai sifat/karakteristik higroskopis yang berarti mudah menyerap air, *bulk density* (tingkat kepadatan) 0.8 – 0.9 dan titik lebur pada tingkat suhu  $801^\circ\text{C}$ . Sedangkan sifat fisik garam boiling point sangat tinggi dari garam NaCl murni, terdapat kenaikan titik didih larutan sama dengan 0,52 kali molality kali faktor Vanhoff, disajikan tabel sebagai berikut:

**Tabel 2.1** Sifat Fisik Garam

Rumus molekul	: NaCl	Spesifik Grafity	: 2,163
Berat Molekul	: 58,5	Melting point	: $800,4^\circ\text{C}$
Warna	: putih	Boiling point	: $1413^\circ\text{C}$
Bentuk	: Kristal	Solubility	: 36,30 kg/100 kg $\text{H}_2\text{O}$ ( $30^\circ\text{C}$ )

(Othmer, 1982)

Berdasarkan fungsinya, garam dibedakan menjadi dua, yaitu garam konsumsi dan gara industri. Menurut Permendag No 58 tahun 2012, garam konsumsi adalah garam yang dipergunakan untuk konsumsi dengan kadar NaCl paling sedikit 94,7 % dihitung dari basis kering. Garam industri biasanya dipergunakan sebagai bahan baku atau bahan penolong untuk kebutuhan industri dengan kadar NaCl paling



sedikit 97% dihitung dari basis kering. Komposisi garam industri berdasarkan standar SNI disajikan pada tabel sebagai berikut:

**Tabel 2.2** Standar Kualitas Garam Industri menurut SNI 06-0303-1989

Parameter	Standard	Parameter	Standard
NaCl, min	98,5 %	SO <sub>4</sub> , max	0,2 %
H <sub>2</sub> O	4%	Bentuk	Padatan Kristal
Ca, max	0,1 %	Warna	Putih
Mg, max	0,06 %		

Proses produksi garam di Indonesia, pada umumnya dilakukan dengan metode penguapan air laut dengan bantuan sinar matahari. Secara teoritis, garam yang berasal dari penguapan air laut mempunyai kadar NaCl 97% lebih (maksimum 97,78% drybasis), akan tetapi dalam praktek umumnya lebih rendah (Rositawati, 2013).

Salah satu faktor rendahnya kemurniaan pada garam karena adanya pengotor– pengotor dalam garam yaitu senyawa Ca<sup>2+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> sebagai impuritis terbesar.(Widayat, 2009) Dalam garam ion Ca<sup>2+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> dalam bentuk MgSO<sub>4</sub>, MgCl<sub>2</sub>, CaSO<sub>4</sub>, CaCl<sub>2</sub>.

**Tabel 2.3** Data Kelarutan Komponen Garam dalam 100g air pada suhu 30°C

Komponen	Kelarutan Komponen Garam dalam (g/100 g air)
NaCl	36,30
CaSO <sub>4</sub>	0,21
MgCl <sub>2</sub>	56,59
MgSO <sub>4</sub>	45,30
CaCl <sub>2</sub>	49,12

(Perry, 1984)

Pada tabel 2.3 terdapat komponen-komponen garam dan juga data kelarutan masing-masing komponen. Terlihat bahwa  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$  mempunyai kelarutan yang kecil, namun diantara senyawa  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ , senyawa  $\text{Ca}^{2+}$  mempunyai kelarutan yang paling kecil. Dengan adanya kelarutan senyawa tersebut berdampak kepada kemurniaan garam itu sendiri, karena dengan kelarutan yang kecil maka akan sulit untuk dihilangkan maupun dilarutkan (Saksono, 2002).

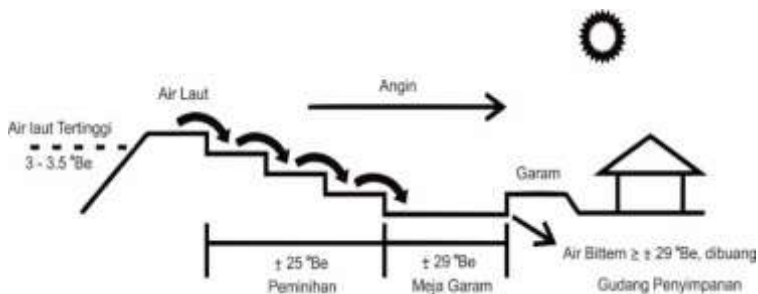
## II.2 Proses Produksi Garam Rakyat

Lahan pembuatan garam dibuat secara berpetak-petak dan bertingkat, sehingga dengan gaya gravitasi, air dapat mengalir ke hilir kapan saja dikehendaki. Kalsium dan magnesium sebagai unsur yang cukup banyak dikandung dalam air laut. Selain NaCl, komponen lain perlu diendapkan agar didapatkan kadar NaCl yang lebih besar. Kalsium dan magnesium dapat terendapkan dalam bentuk garam sulfat, karbonat dan oksalat. Dalam proses pengendapan atau kristalisasi, garam karbonat dan oksalat akan mengendap terlebih dahulu, disusul dengan garam sulfat, dan terakhir bentuk garam kloridanya.

Petani garam mengolah air laut menjadi garam dengan memanfaatkan panas matahari dengan mengalirkan air laut kedalam 5 buah petak peminihan, metode ini disebut juga dengan Metode *Madurese*. Pada petak peminihan proses evaporasi air laut terjadi, tahapan proses dijelaskan sebagai berikut:

1. Air laut dari kolam penampungan setelah kadar garam mencapai 5 °Be disalurkan ke kolam peminihan 1
2. Larutan garam di kolam peminihan 1 didiamkan selama 3-4 hari hingga kadar garamnya mencapai 7 °Be, kemudian dipindahkan ke kolam peminihan 2
3. Larutan garam di kolam peminihan 2 didiamkan selama 2 hari hingga kadar garamnya 10 °Be kemudian dipindahkan ke kolam peminihan 3

4. Larutan garam di kolam peminihan 3 didiamkan selama 2 hari hingga kadar garam mencapai 12 °Be kemudian dipindahkan ke kolam peminihan 4
5. Setelah kadar garam mencapai 17 °Be, larutan garam dialirkan ke kolam peminihan 5
6. Di kolam peminihan 5, larutan garam didiamkan selama 1 hari sampai mencapai kadar 23-25 °Be, dan dikumpulkan di meja garam untuk dilakukan proses kristalisasi.



**Gambar 2.1** Gambaran proses pembuatan garam rakyat

Lahan penggaraman umumnya terletak tidak jauh dari garis pantai untuk mempermudah suplai air laut. Selain itu, wilayah pantai memenuhi persyaratan lokasi pembuatan garam dengan proses penguapan (evaporasi) yaitu:

- Memiliki laju evaporasi yang tinggi,
- Kecepatan dan arah angin lebih dari 5 m/detik,
- Suhu udara lebih dari 32°C,
- Penyinaran matahari mencapai 100%,
- Tanah landau atau memiliki kemiringan kecil
- Permeabilitas rendah

Proses produksi garam cara ini dikenal dengan metode *Madurese*, dimana petani dapat melakukan panen tiga kali dalam waktu 30 hari dengan kadar NaCl bisa mencapai 88%. Saat ini produsen garam rakyat nasional terbesar berada di beberapa daerah, yang paling besar produksinya daerah Madura dan NTT (Purbani, 2011).

Dari produk garam yang dihasilkan setiap daerah, garam juga mempunyai beberapa kelas. Garam rakyat ini bisa diklasifikasikan menjadi garam K1, K2, dan K3. Garam K1 merupakan garam hasil proses kristalisasi pada larutan 26-29.5 °Be. Garam K1 memiliki kadar NaCl minimum 91.7% dan kadar air maksimum 4%. Garam K2 merupakan garam dengan kualitas lebih rendah daripada K1. Garam ini merupakan sisa kristalisasi pada konsentrasi larutan 29.5-35 °Be dan memiliki kadar NaCl minimum 94.7% dan kadar air maksimum 5%. Secara fisik garam K2 berwarna kecoklatan. Garam K3 merupakan garam kualitas terendah. Garam ini merupakan sisa kristalisasi pada konsentrasi larutan diatas 35 °Be dan memiliki kadar NaCl kurang dari 94.7% dan kadar air lebih dari 5%. Secara fisik, garam K3 berwarna coklat dan masih bercampur Lumpur (Martina, 2016).

Proses pembuatan garam di Indonesia sebagian besar masih menggunakan teknologi konvensional yaitu proses evaporasi air laut menggunakan tenaga surya dan dilakukan di ruang terbuka pada kondisi  $T = 30^{\circ}\text{C}$  dan tekanan 1 atm. Air laut yang diuapkan sampai kering mengandung sejumlah 7 mineral seperti  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NaBr}$ ,  $\text{NaCl}$ , dan air dengan berat total 1.025,68 gram untuk setiap liter air laut. Setelah dikristalkan pada proses selanjutnya, akan diperoleh garam dengan kepekatan 16,75-28,5°Be yang setara dengan 23,3576 gram. Kemurnian garam yang dibuat dengan penguapan air laut biasanya lebih dari 90%.

### **II.3 Proses Pemurniaan Garam**

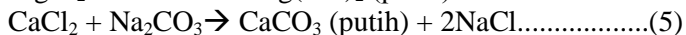
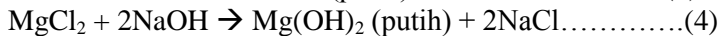
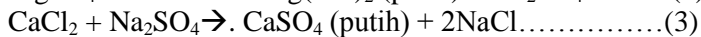
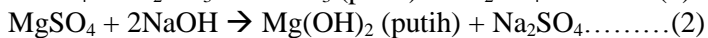
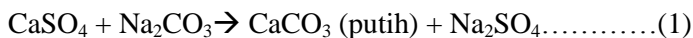
Proses pencucian garam yang baik pada dasarnya mampu meningkatkan kualitas garam, bukan hanya sekedar membersihkan garam dari kotoran lumpur atau tahan, tetapi juga mampu menghilangkan zat-zat pengotor (impuritis) seperti senyawa-senyawa Mg, Ca dan kandungan zat pereduksi lainnya. Proses pengolahan garam pada industri kecil dan menengah umumnya menggunakan proses

pencucian. Kemurnian garam yang didapat dengan metode ini lebih dari 94,7%.

Pada proses pemurniaan garam dengan metode pencucian modern, biasanya diterapkan proses SALEX, dimana pengotor yang tak larut, seperti debu dan pasir yang ikut mengkristal dalam garam direduksi secara *hydromilling*, dimana Kristal garam dihancurkan dan dicuci, sehingga pengotor yang tak larut yang terjebak di dalam Kristal garam dapat keluar dan terbawa dalam larutan garam jenuh. sedangkan pengotor terlarut (terutama  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$ ) direduksi dengan proses pencucian. Kristal garam dikontakan dengan larutan garam jenuh yang dialirkan secara *counter current*. Proses ini dapat mereduksi pengotor tak larut maupun terlarut di permukaan dan di dalam Kristal garam hingga menghasilkan garam dengan kemurnian 99.7-99.8%.NaCl (Sedivy, 1996).

Pencucian garam dilakukan dengan menggunakan larutan garam jenuh (brine) yang digunakan berulang kali. Untuk pencucian dengan larutan garam jenuh bertujuan untuk mengurangi kotoran dari permukaan garam yang berupa Mg, Ca,  $\text{SO}_4$  dan kotoran-kotoran lainnya dan untuk meningkatkan kandungan NaCl, dimana larutan brine jenuh ini akan mengekstrak pengotor dalam Kristal garam. Pengotor utama dalam garam yang berupa  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  akan melarut bersama larutan garam jenuh, sedangkan garam (NaCl) tidak akan ikut melarut. Proses pemisahan antara Kristal garam dengan larutan garam jenuh selanjutnya dapat dengan mudah dilakukan secara filtrasi (Martina, 2016). Selain itu, penggunaan larutan garam jenuh untuk mencegah garam yang terlarut selama proses pencucian, garam, segi kehilangan garam untuk pencucian dengan larutan garam hanya mencapai 1.5% dibandingkan dengan menggunakan larutan pencucian lain contohnya penggunaan air dimana garam akan larut sebesar 39.4 % (Saksono, 2002).

Untuk mengurangi impuritis dalam garam, dapat dilakukan dengan kombinasi dari peroses pencucian dan pelarutan cepat pada saat pembuatan garam. Sedangkan untuk penghilangan impuritis dari produk garam, dapat dilakukan dengan proses kimia, yaitu dengan mereaksiakannya dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{NaOH}$  sehingga terbentuk endapan  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . Reaksi kimia yang terjadi adalah sebagai berikut:



(Kauffman, 1960)

Selain dengan metode pencucian, terdapat juga metode yang sering digunakan yaitu metode rekristalisasi. Metode rekristalisasi yaitu dengan cara melarutkan bahan baku garam dengan air kemudian larutan garam ditambahkan dengan beberapa zat seperti  $\text{NaOH}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , dan  $\text{CaCl}_2$  untuk melarutkan pengotornya, kemudian ditambahkan zat koagulan untuk menggumpalkan pengotor tersebut. Setelah larutan garam bersih dari pengotor kemudian dialirkan ke double effect evaporator untuk mengurangi kadar air dalam garam dan dilakukan kristalisasi vacuum pan. Metode rekristalisasi menghasilkan garam dengan kemurnian yang tinggi yaitu sekitar 99 – 99,8%, namun metode ini lebih cocok digunakan untuk pembuatan garam farmasi dikarenakan kemurniannya yang tinggi (Sedivy, 1996).

Metode rekristalisasi kurang cocok digunakan untuk garam industri karena biaya pembelian peralatan pada awal produksi sangat mahal, alat yang digunakan cukup banyak, dan perawatan alat yang diperlukan juga cukup mahal (Sedivy, 1996). Selain itu proses produksi yang cukup rumit dan membutuhkan energi yang besar untuk mengkristalkan

garam. Apabila dibandingkan antara rekristalisasi dengan pencucian, metode pencucian jauh lebih sederhana dan tidak membutuhkan banyak energi. Harga peralatan lebih terjangkau dan perawatan juga terjangkau karena tidak membutuhkan evaporator dan alat pengkristal dalam mengkristalkan garam. Sehingga untuk penelitian ini digunakan metode pencucian karena alatnya yang jauh lebih murah, prosesnya yang sederhana dan tidak membutuhkan energy yang besar.

#### **II.4 Derajat Baume**

Pada pencucian garam, larutan brine yang digunakan juga menjadi salah faktor yang penting karena mempengaruhi kadar NaCl yang dihasilkan, banyaknya pengotor yang terlarut dan losses garam pada proses pencucian. Sehingga perlu ditetapkan konsentrasi larutan brine. Salah satu penetapan konsentrasi dengan derajat baume. Dimana, derajat baume adalah ukuran massa jenis suatu larutan. Terdapat dua jenis yang dipakai Be yaitu untuk larutan yang lebih ringan dibandingkan air dan untuk larutan yang lebih berat dibandingkan air namun umumnya derajat ini digunakan untuk mengukur masa jenis air garam. Pada *Baume meter*, pembacaan  $0^{\circ}\text{Be}$  menandakan tidak adanya kandungan garam sedangkan pada pembacaan  $15^{\circ}\text{Be}$  mengandung 15% garam.

#### **II.5 Potensi Garam Rakyat Di Indonesia**

Di Indonesia setiap daerah mempunyai potensi produksi garam pada kabupaten maupun kota. Untuk membangun sebuah industri perlu dipertimbangkan potensi atau sumber bahan baku yang akan digunakan agar keberlangsungan proses produksi tetap terjaga.

**Tabel 2.4** Produksi, Luas Lahan, dan Produktivitas Garam Rakyat menurut Kabupaten/Kota tahun 2015

No.	Kabupaten/Kota	Produksi (Ton)	Luas Lahan (Ha)	Produktivitas (Ton/Ha/musim)
1.	Aceh Utara	1.781,00	13,00	137,00
2.	Aceh Besar	800,00	67,60	11,83
3.	Aceh Timur	554,84	18,13	30,60
4.	Pidie	6.000,00	24,72	242,72
5.	Karawang	8.446,00	161,00	52,46
6.	Cirebon	435.439,00	3.858,00	112,87
7.	Indramayu	317.122,36	2.714,00	116,85
8.	Brebes	53.629,50	430,00	124,72
9.	Demak	130.118,00	1.271,00	102,37
10.	Jepara	56.614,30	501,02	113,00
11.	Pati	381.704,00	2.838,11	134,49
12.	Rembang	218.491,00	1.568,65	139,29
13.	Tuban	29.425,14	272,06	108,16
14.	Lamongan	38.804,00	213,00	182,18
15.	Pasuruan	19.354,40	266,55	72,61
16.	Kota Pasuruan	12.490,00	116,00	107,67
17.	Probolinggo	23.004,51	359,82	63,93



No.	Kabupaten/Kota	Produksi (Ton)	Luas Lahan (Ha)	Produktivitas (Ton/Ha/musim)
18.	Gresik	16.535,73	163,52	101,12
19.	Sidoarjo	17.720,52	242,95	72,94
20.	Kota Surabaya	86.226,86	894,54	96,39
21.	Bangkalan	9.500,00	178,84	53,12
22.	Sampang	398.983,61	3.064,55	130,19
23.	Pamekasan	123.534,65	929,00	132,98
24.	Sumenep	236.117,96	2.068,00	114,18
25.	Karangasem	720,14	10,42	69,11
26.	Buleleng	9.827,48	33,45	293,80
27.	Sumbawa	3.306,35	101,93	32,44
28.	Kota Bima	1.688,10	29,40	57,42
29.	Bima	152.439,20	1.743,02	87,46
30.	Lombok Barat	4.355,00	142,10	30,65
31.	Lombok Tengah	2.788,23	55,56	50,18
32.	Lombok Timur	12.228,70	263,80	46,36
33.	Kupang	2.350,70	54,78	42,91
34.	Ende	351,00	22,32	15,73
35.	Timor Tengah	1.100,70	7,50	146,76

No.	Kabupaten/Kota	Produksi (Ton)	Luas Lahan (Ha)	Produktivitas (Ton/Ha/musim)
36.	Alor	315,10	17,00	18,54
37.	Sumba Timur	846,13	42,00	20,15
38.	Manggarai	441,00	10,00	44,10
39.	Nagekeo	2.478,89	180,00	13,77
40.	Pohuwato	709,83	87,20	8,14
41.	Pangkep	42.268,31	420,98	100,40
42.	Takalar	14.243,00	104,00	136,95
43.	Jeneponto	40.274,30	434,66	92,66
44.	Kep, Selayar	331,65	15,00	22,11
TOTAL		2.915.461,17	25.830,34	

(Kemenperin.go.id)

Dari Tabel 2.4 menunjukkan data produksi garam dari berbagai Kabupaten / Kota di seluruh Indonesia. Jika dilihat dari data, Kota/Kabupaten yang berada di Pulau Madura dan NTT memiliki produksi garam terbesar di Indonesia dibandingkan dengan kota/kabupaten lain yang ada di Indonesia dari total 2.915.461,17 ton.

**Tabel 2.5** Produksi Garam Rakyat Pulau Madura tahun 2015

No.	Kabupaten	Jumlah Produksi (ton)
1.	Bangkalan	9.500

2.	Sampang	398.983,61
3.	Pamekasan	123.534,65
4.	Sumenep	236.117,96
TOTAL		768.136,22

Pada tabel 2.5 menunjukkan produksi garam pada kabupaten – kabupaten di Pulau Madura. Didapatkan pada tahun 2015 Jumlah produksi yang dihasilkan adalah 768.136,22 ton.

**Tabel 2.6** Produksi Garam Rakyat di Nusa Tenggara Timur tahun 2015

No.	Kabupaten / Kota	Jumlah Produksi (ton)
1.	Lombok Timur	12.228
2.	Alor	2.357
3.	Kupang	351
4.	Ende	11.007
5.	Alor	315.10
6.	Sumba Timur	846.13
7.	Manggarai	441.00
8.	Nagekeo	2.48
TOTAL		1,981.30

Pada tabel 2.6 menunjukkan produksi garam pada kabupaten – kabupaten di Nusa Tenggara Timur. Didapatkan

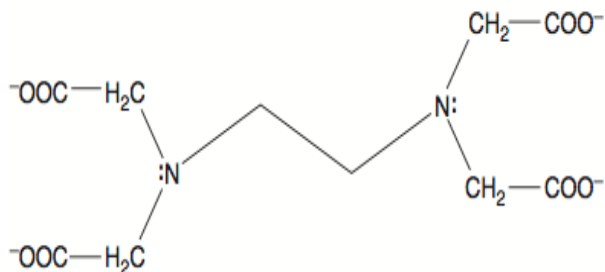
pada tahun 2015 Jumlah produksi yang dihasilkan adalah 1,981.30 ton. Data- Data tersebut juga didukung pada pernyataan Wakil Menteri Perindustrian potensi garam terbesar di Indonesia berada di Jawa Timur dan juga Nusa Tenggara Timur, Namun untuk pengolahan garam di Nusa Tenggara Timur belum dikembangkan (Kemenperin.go.id).

## II.6. Titrasi Kompleks EDTA

Garam adalah senyawa kimia yang sebagian besar mengandung NaCl dan juga pengotor – pengotor lainnya yaitu  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$ . Untuk mengetahui kadar setiap komponen yang terkandung pada garam maka dilakukan analisis terutama pada kandungan  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  yang merupakan komponen terbesar yang ada pada garam. Untuk mengetahui kadar  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  analisis yang digunakan yaitu Titrasi kompleks dengan EDTA sebagai pengkompleksnya.

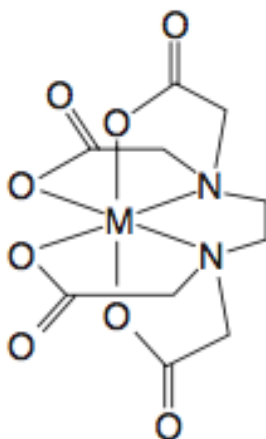
Titration Kompleksometri merupakan jenis titrasi dimana titran dan titrat saling mengkompleks membentuk hasil berupa kompleks. Supaya terjadinya senyawa kompleks maka digunakan beberapa pembentuk kompleks seperti CDTA, EGTA, EDTA dan lain-lain. Namun untuk titrasi pembentukan kompleks, pembentuk kompleks yang umum dan paling luas penggunaannya yaitu EDTA (etilen diamin tetra asetat), adalah senyawa asam berbasa empat yang secara sederhana ditulis sebagai  $\text{H}_4\text{Y}$ . Di dalam pelarut air, senyawa ini ( $\text{H}_4\text{Y}$ ) dapat terdisosiasi menjadi beberapa spesi ( $\text{H}_3\text{Y}^-$ ,  $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$ ,  $\text{HY}^{3-}$ , dan  $\text{Y}^{4-}$ ) dengan komposisi yang bergantung pada pH larutan. Pada titrasi pembentukan kompleks, ion – ion logam bereaksi dengan spesi  $\text{Y}^{4-}$ . Karena spesi ini merupakan spesi yang paling basa dibanding spesi lainnya (Basset, 1994).

EDTA mempunyai enam ikatan (empat gugus karbositat, dua gugus amino) dan terdapat enam pasang elektron. Dengan struktur pada gambar 2.2



**Gambar 2.2** Struktur EDTA

Menghasilkan kompleks metal – ligan pada gambar 2.3 dimana EDTA akan membentuk struktur sangkar mengelilingi ion metal yang sangat stabil. Jumlah ikatan koordinasi tergantung pada ukuran dari ion metal. Semua kompleks logam – EDTA mempunyai perbandingan stoikiometri 1:1.



**Gambar 2.3** Enam Ikatan Koordinasi Komplek logam – EDTA

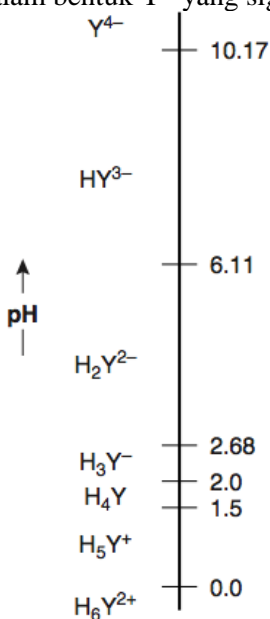
(Harvey, 1976)

Disamping sebagai ligan, EDTA juga merupakan asam lemah. EDTA akan terprotonisasi secara sempurna dalam bentuk  $H_6Y^{2+}$ , asam heksatropik dengan nilai  $pKa$ .

$$pKa_1 = 0.0 \quad pKa_2 = 1.5 \quad pKa_3 = 2.0$$

$$pKa_4 = 2.68 \quad pKa_5 = 6.11 \quad pKa_6 = 10.17$$

Nilai keempat pertama untuk proton karboksil, dan sisa dua nilai lainnya untuk ammonium proton. Pada gambar 2.4 merupakan diagram EDTA, spesi  $Y^{4-}$  pada EDTA sangat dominan pada pH diatas 10.17. untuk pH lebih dari 12, EDTA berada dalam bentuk  $Y^{4-}$  yang signifikan.



**Gambar 2.4** Diagram EDTA

EDTA umumnya dibuat dari garam  $Na_2H_2Y$  yang mudah larut. Oleh karena itu EDTA perlu dibakukan terlebih dahulu. Titrasi kompleksometri meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Contoh dari kompleks demikian

adalah tingkat kelarutan tinggi. Contoh dari kompleks tersebut adalah kompleks logam dengan EDTA. Berbagai logam membentuk kompleks pada pH yang berbeda. Peristiwa pwnngkompleksan tergantung pada aktivitas anion bebas, misalkan  $Y^{4-}$  ( jika asamnya  $H_4Y$  dengan tetap ionisasi

$$pK_{a1} = 0.0 \quad pK_{a2} = 1.5 \quad pK_{a3} = 2.0$$

$$pK_{a4} = 2.68 \quad pK_{a5} = 6.11 \quad pK_{a6} = 10.17$$

Variasi aktivitas  $Y^{4-}$  bervariasi terhadap perubahan pH dari 1,0 sampai 10 dan secara umum perubahan ini sebandig dengan  $(H^+)$  pada pH 3,0 – 6,0.

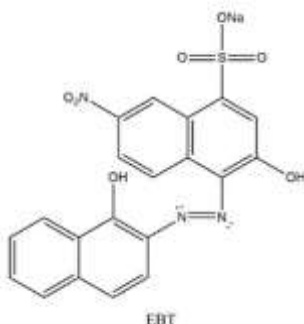
Sebagian besar titrasi kompleksometri mempergunakan indikator yang juga bertindak sebagai pengkompleks dan tentu saja kompleks logamnya mempunyai warna yang berbeda dengan pengkomplkesnya sendiri. Indicator demikian disebut metalokromat.

**Tabel 2.7** Indikator Metalokromat

Indikator	Range pH	Digunakan untuk
Calmagite	9-11	Ba, Ca, Mg, Zn
Eriochrome Black T	7.5-10.5	Ba, Ca, Mg, Zn
Eriochrome Blue Black R	8-12	Ca, Mg, Zn, Cu
Murexide	6-13	Ca, Ni, Cu
PAN	2-11	Cd, Cu, Zn
Salicylic Acid	2-3	Fe

*Eriochrome Black T* adalah natrium 1-(1-hidroksi-2-naftilazo)-6-nitro-2-naftol-4-sulfonat(II). Dalam larutan yang sangat asam, zat warna itu cenderung untuk berpolimerasi menjadi produk yang coklat-merah, dan akibatnya indikator itu jarang digunakan dalam titrasi EDTA dari larutan-larutan yang lebih asam daripada pH= 6.5. Gugus asam sulfonat itu menyerahkan protonnya lama sebelum jangkau pH 7-12 yang merupakan perhatian paling utama bagi penggunaan indikator ion-logam. Maka hanya disosiasi dari kedua atom hydrogen

dari dalam gugus fenolat perlu dipertimbangkan, jadi zat warna itu boleh dinyatakan dalam rumus  $H_2D^-$ . Kedua nilai pK untuk atom-atom hydrogen ini masing-masing adalah 6.3 dan 11.5 Untuk larutan dengan pH = 5.5 *Eriochrome Black T* adalah merah. (disebabkan oleh  $H_2D$ ), antara pH 7 dan 11 warnanya biru (disebabkan oleh  $HD^2$ ), di atas pH =11.5 Ia berwarna jingga – kekuningan (disebabkan  $D^3$ ). Dalam jangkauan pH 7- 11, penambahan garam logam menghasilkan perubahan warna yang cemerlang dari biru menjadi merah :  $M^{2+} + HD^{2-}$  (biru)  $\rightarrow HD^-$  ( merah ) +  $H^+$   
 Perubahan warna ini dapat diamati dengan ion – ion Mg, Zn, Hg, Pb, Cu, Al, Ca, Fe, Ti, Co, Ni, dan logam Pt. Dengan struktur EBT sebagai berikut :



**Gambar 2.5** Struktur *Eriochrome Black T*  
 (Basset,1996)

## II.7 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

*Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energy radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energy dasar (ground state). Penyerapan tersebut menyebabkan teraksitasinya elektron dalam kuliya atom ke tingkat energy yang lebih tinggi. Keadaan ini bersifat labil, elektron akan kembali ke tingkat dasar sambil mengeluarkan energy yang terbentuk radiasi. Dalam AAS, atom bebas

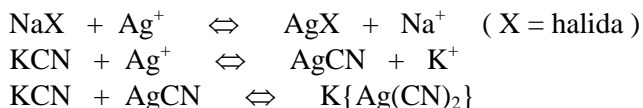


berinteraksi dengan berbagai bentuk energy seperti energy panas, energy elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik. Interaksi ini menimbulkan proses-proses dalam atom bebas yang menghasilkan absorpsi dan emisi (pancaran) radiasi dan panas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena mempunyai panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap atom bebas.

Dalam analisis spektrofotometri digunakan suatu sumber radiasi yang menjorok ke dalam daerah ultraviolet spektrum ini. Dari spektrum ini, dipilih panjang-panjang gelombang tertentu dengan lebar pita kurang dari 1 nm.

## II.8 Titrasi Argentometri

Argentometri adalah suatu proses titrasi yang menggunakan garam argentum nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) sebagai larutan standard. Dalam titrasi argentometri, larutan  $\text{AgNO}_3$  digunakan untuk menetapkan garam-garam halogen dan sianida karena kedua jenis garam ini dengan ion  $\text{Ag}^+$  dari garam standard  $\text{AgNO}_3$  dapat memebentuk suatu endapan atau suatu senyawa kompleks sesuai dengan persamaan reaksi berikut ini :



Garam  $\text{AgNO}_3$  mempunyai kemurnian yang tinggi, sehingga garam tersebut dapat digunakan sebagai larutan standard primer. Larutan standard  $\text{AgNO}_3$  0,1 N dapat dibuat dengan melarutkan 16,99 gram  $\text{AgNO}_3$  dalam 1 liter aquades.

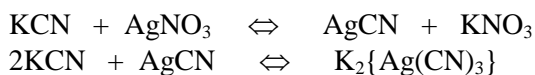
Seperti halnya pada proses titrasi netralisasi, pada proses argentometri pun dapat digambarkan proses titrasinya meskipun pembuatan kurva ini tidak dimaksudkan untuk memilih dan menentukan jenis indikator yang akan digunakan untuk menentukan saat tercapainya titik ekuivalen,

sehingga untuk pembuatan kurva ini sebagai ordinatnya bukan lagi besarnya pH larutan melainkan besarnya pAg atau pX dalam larutan.

Argentometri termasuk salah satu cara analisis kuantitatif dengan sistem pengendapan. Cara analisis ini biasanya dipergunakan untuk menentukan ion-ion halogen, ion perak, ion tiosianat serta ion-ion lainnya yang dapat diendapkan oleh larutan standardnya. Dalam titrasi argentometri ini terdapat 4 cara untuk menentukan titik akhir atau titik ekuivalen, yaitu :

### 1. Dengan cara Liebig

Dalam titrasi argentometri yang disebut dengan titrasi pembentukan kompleks adalah titrasi terhadap larutan garam sianida. Proses ini mula-mula dikemukakan oleh Liebig pada tahun 1851, akhirnya dikenal sebagai titrasi argentometri cara Liebig. Apabila ke dalam larutan garam sianida ditambahkan larutan  $\text{AgNO}_3$  mula-mula akan terjadi endapan putih dari garam  $\text{AgCN}$ . Tetapi oleh karena di dalam larutan masih terdapat kelebihan ion sianida maka apabila larutan tersebut digoyang-goyang, endapan  $\text{AgCN}$  yang telah terbentuk akan segera larut kembali karena terjadinya garam kompleks dari logamnya yang cukup stabil, sesuai dengan persamaan reaksi berikut ini :

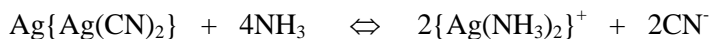


Apabila semua ion  $\text{CN}^-$  dalam larutan telah membentuk ion kompleks  $\{\text{Ag}(\text{CN})_2\}^-$ , kemudian ke dalam larutan tersebut ditambahkan sedikit larutan  $\text{AgNO}_3$  akan segera terbentuk endapan yang stabil (permanen) dari garam kompleks argentum disianoargentat (I) sesuai dengan persamaan reaksi berikut ini :



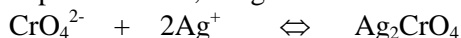
Dalam hal ini jelaslah bahwa pada titrasi argentometri terhadap ion  $\text{CN}^-$ , tercapai titik ekuivalen ditandai dengan terbentuknya endapan (kekeruhan) permanen dari garam kompleks  $\text{Ag}\{\text{Ag}(\text{CN})_2\}$ .

Titrasi argentometri secara Liebig ini tidak dapat dilakukan dalam suasana amoniakal, karena garam kompleks  $\text{Ag}\{\text{Ag}(\text{CN})_2\}$  dalam larutan amoniakal akan larut menjadi ion kompleks diammin.



## **2. Dengan pembentukan endapan berwarna (metode Mohr)**

Dalam cara ini, ke dalam larutan yang dititrasi ditambahkan sedikit larutan kalium kromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) sebagai indikator. Pada akhir titrasi, ion kromat akan bereaksi dengan kelebihan ion perak membentuk endapan berwarna merah dari perak kromat, dengan reaksi :

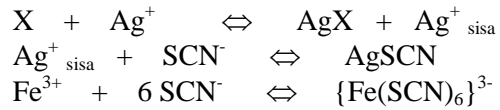


Untuk menghindari terjadinya pengendapan perak kromat sebelum pengendapan perak halida sempurna, maka konsentrasi ion kromat yang ditambahkan sebagai indikator harus sangat kecil, umumnya konsentrasi ion kromat dalam larutan berkisar  $3 \cdot 10^{-3}$  M hingga  $5 \cdot 10^{-3}$  M.

## **3. Dengan cara pembentukan ion kompleks berwarna (metode Volhard)**

Dalam cara ini, larutan standard perak nitrat ditambahkan secara berlebih ke dalam larutan analit, kemudian kelebihan ion perak dititrasi dengan larutan standard amonium atau kalium tiosianat dengan menambahkan ion feri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) sebagai indikator. Pada akhir titrasi, ion feri akan bereaksi dengan kelebihan ion tiosianat

membentuk ion kompleks  $\{\text{Fe}(\text{SCN})_6\}^{3-}$  yang berwarna coklat.



#### **4. Dengan menggunakan indikator adsorpsi (metode Fajans)**

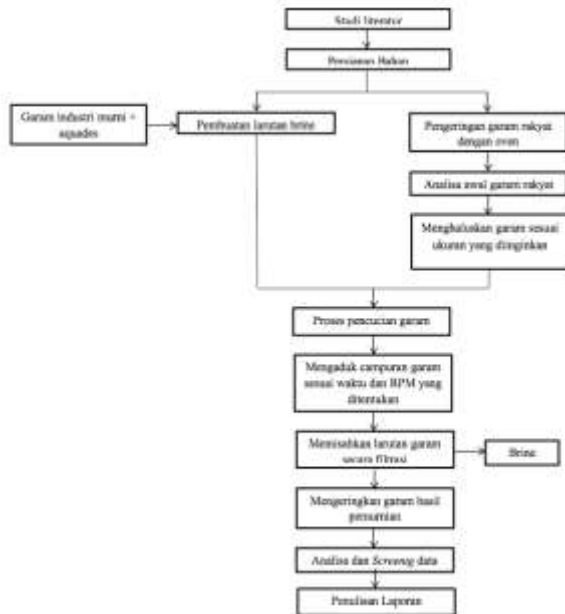
Titik akhir titrasi dalam titrasi dengan cara ini ditandai dengan berubahnya warna endapan AgX sebagai akibat dari adanya adsorpsi endapan AgX terhadap pereaksi pewarna yang ditambahkan. Indikator yang sering digunakan adalah fluorescein dan eosin.

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### III.1 Deskripsi Penelitian

Penelitian ini dilakukan sebagai studi untuk pemurnian garam secara *batch* menggunakan metode pencucian dengan brine skala laboratorium pada suhu dan tekanan ruang. Penelitian dilakukan di Laboratorin Teknologi Biokimia, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada bulan Agustus 2017 – Desember 2017.

### III.2 Diagram Alir Penelitian



**Gambar 3.1** Alur rancangan penelitian

### III.3 Bahan dan Alat Penelitian

#### III.3.1 Bahan Penelitian

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah garam rakyat yang diperoleh dari petani garam di Madura, Garam industri murni dan Aquades. Serta bahan-bahan untuk analisa titrasi EDTA yaitu EDTA, indikator EBT,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{KCN}$ ,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ , dan  $\text{HCl}$ .

#### III.3.2 Alat Penelitian

1. Beaker glass
2. Ayakan
3. Stopwatch
4. Oven
5. Neraca analitik
6. Erlenmeyer
7. Gelas arloji
8. Magnetic stirrer
9. Mortar dan alu
10. Buret

### III.4 Variabel Penelitian

Berikut ini merupakan variabel yang digunakan untuk penelitian ini :

**Tabel 3.1** Variabel Pemurnian Garam dengan metode Pencucian

No.	Ukuran garam	Garam : Brine	Lama pengadukan	Kecepatan pengadukan
1.	Kasar	1:20; 1:40; 1:60	10, 30, 60 menit	100, 200, dan 300 RPM
2.	-10+20 mesh	1:20; 1:40; 1:60	10, 30, 60 menit	100, 200, dan 300 RPM

3.	-20+35 mesh	1:20; 1:40; 1:60	10, 30, 60 menit	100, 200, dan 300 RPM
----	----------------	---------------------	---------------------	--------------------------

### III.5 Prosedur Penelitian

#### III.5.1 Tahap Persiapan Bahan Baku

Sebelum penelitian ini dilakukan, terlebih dulu dilakukan persiapan bahan baku. Bahan baku yang dipersiapkan berupa pembuatan larutan brine dengan kadar  $23^{\circ}\text{Be}$ . Pembuatan larutan brine ini dilakukan dengan cara memcampurkan garam industri murni dengan aquades. Selain itu dipersiapkan juga garam rakyat yang akan dimurnikan dengan cara mengerikan garam rakyat dengan oven pada suhu  $103 - 105^{\circ}\text{C}$  hingga beratnya konstan. Kemudian menghaluskan garam sesuai ukuran yang diinginkan. Sebelum dilakukan proses pencucian, terlebih dahulu garam rakyat dianalisa komposisinya.

#### III.5.2 Tahap Penelitian

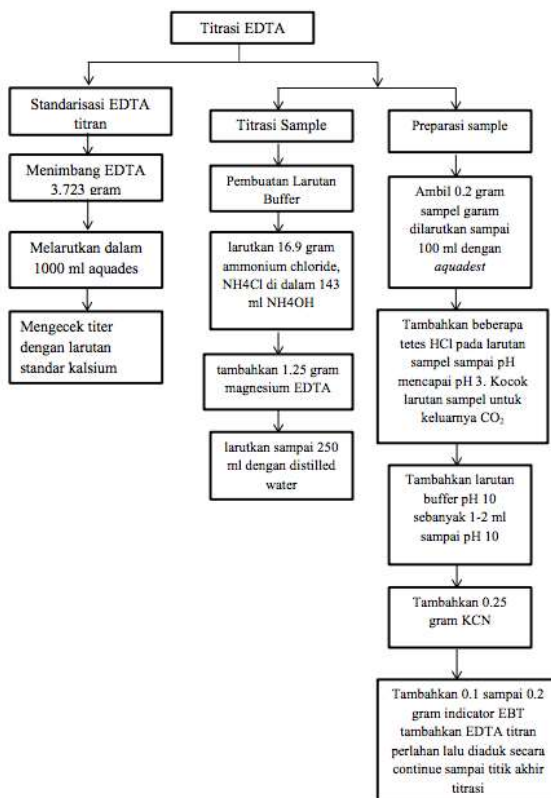
Pada penelitian ini, pemurnian garam dilakukan menggunakan proses pencucian secara *batch* dan proses pengendapan pengotor pada brine. Penelitian dilakukan pada temperatur dan tekanan ruang. Garam rakyat yang telah dihaluskan ukurannya dan telah dilakukan analisa, kemudian dicampurkan dengan brine yang telah dibuat dengan perbandingan sesuai variable yaitu 1:20; 1:40; dan 1:60. Campuran tersebut kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dengan RPM 100, 200, dan 300 selama 10, 30, dan 60 menit.

Proses selanjutnya adalah memisahkan padatan garam dengan brine secara filtrasi. Garam padatan kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $103 - 105^{\circ}\text{C}$  hingga berat konstan. Setelah padatan kering kemudian dianalisa

dengan menggunakan titrasi EDTA untuk mengetahui penurunan kadar Ca dan Mg.

### III.5.3 Tahap Analisa Sampel

Sampel garam yang telah dilakukan proses pencucian akan dianalisa untuk mengetahui komposisi yang terdapat pada garam dengan menggunakan titrasi EDTA. Prosedur titrasi EDTA dapat dilihat pada gambar 3.2.



Gambar 3.2 Prosedur Titrasi EDTA



### III.5.4 Tahap Pengolahan Data

Data yang diperoleh dari hasil analisa komposisi yang terdapat pada garam dan brine kemudian diolah untuk mengetahui penurunan kadar  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{+}$  pada garam serta kenaikan kadar  $\text{NaCl}$  pada garam tersebut.

### III.6 Jadwal Penelitian

Adapun jadwal dari pengerjaan penelitian ini adalah sebagai berikut:

**Tabel 3.2** Jadwal penelitian

	Bulan ke- Minggu ke-	Agustus				September				Oktober				November				Desember			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Studi Literatur	■	■	■	■																
2	Pembuatan proposal		■	■	■																
3	Persiapan penelitian			■	■	■	■	■	■												
4	Pelaksanaan penelitian									■	■	■	■								
5	Analisa data penelitian											■	■								
6	Evaluasi progress													■	■	■	■				
7	Penyusunan laporan akhir																	■	■	■	■
8	Penyerahan laporan akhir																			■	■

## **BAB IV**

### **HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari proses pemurnian garam dengan metode pencucian menggunakan *brine*  $^{23}\text{0Be}$ . Pemurnian garam dengan metode pencucian telah dilakukan pada sampel garam yang berasal dari Kabupaten Sumenep, Madura. Untuk mengetahui kondisi terbaik dalam proses pemurnian garam maka ditentukan beberapa variabel yaitu ukuran, perbandingan padatan dan larutan *brine*, kecepatan, dan lama pengadukan. Variabel ukuran dibagi menjadi 3 ukuran yaitu ukuran kasar, 10-20 mesh dan 20 - 35 mesh. Selain itu, perbandingan padatan garam dengan larutan *brine* juga menjadi salah satu variabel yang sangat penting karena berpengaruh terhadap proses pelarutan pengotor pada garam yaitu  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  sehingga ditetapkan perbandingan padatan garam dengan larutan *brine* sebesar 1:20, 1:40, 1:60. Variabel selanjutnya yaitu kecepatan pengadukan dan lama pencucian. Untuk kecepatan pengadukan ditentukan sebesar 100, 200, 300 RPM. Sedangkan, untuk variabel waktu pencucian ditetapkan 10 menit, 30 menit, 60 menit. Dari variabel-variabel tersebut dipilih data yang terbaik dalam menghasilkan kadar NaCl tertinggi.

#### **IV.1 Proses Pemurnian Garam dengan Metode Pencucian**

Pada penelitian ini, pemurnian garam dengan metode pencucian dilakukan secara *batch*, dimana garam yang digunakan adalah garam rakyat kualitas 1. Sebelum melakukan percobaan, sampel garam dianalisa untuk mengetahui kadar  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dengan menggunakan metode *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) dan kadar NaCl menggunakan metode Argentometri sehingga didapatkan spesifikasi bahan baku seperti berikut :

**Tabel 4.1** Spesifikasi Garam Rakyat Kualitas 1

<b>Parameter</b>	<b>Satuan</b>	<b>Hasil Analisa</b>	<b>Metode Analisa</b>
NaCl	%	85.42	Argentometri
Ca	mg/kg	2200	AAS
Mg	%	11.02	AAS

Garam rakyat yang akan digunakan terlebih dahulu dikeringkan di dalam oven selama 1 jam pada suhu 105°C untuk mengurangi kadar air pada padatan garam. Proses ini dilakukan sampai massa garam konstan.

Setelah proses pengeringan, garam rakyat dibagi menjadi beberapa ukuran sesuai dengan variabel yang ditetapkan yaitu ukuran kasar (ukuran asli garam rakyat), -10+20 mesh, dan -20 + 30 mesh. Garam dikecilkan ukurannya dengan tujuan agar kisi kristal garam rakyat dapat terbuka sehingga pengotor yang ada di dalam dapat keluar ke permukaan garam. Ketika padatan garam kontak dengan larutan *brine*, Pengotor dapat langsung terlarut dan terbawa oleh larutan *brine*.

Padatan garam yang sudah dikecilkan kemudian memasuki proses pencucian. Pada tahap ini larutan yang digunakan untuk mencuci garam adalah larutan *brine*. Larutan *brine* dibuat dengan *aquadest* dan garam industri yang sudah memenuhi SNI dengan kadar NaCl 98.5%. Garam industri SNI dipakai agar larutan *brine* yang dihasilkan murni dan dapat melarutkan pengotor  $Ca^{2+}$  dan  $Mg^{2+}$  secara maksimal. Konsentrasi larutan *brine* yang digunakan ditetapkan 23°Be diukur dengan alat *Baume meter*.

Konsentrasi larutan *brine*, 23 °Be, merupakan kondisi larutan garam mendekati jenuh. Terdapat beberapa alasan sebagai landasan dalam penetapan konsentrasi tersebut. Menurut Saksono (2002), konsentrasi air garam berpengaruh terhadap kemampuan larutan *brine* untuk melarutkan  $Ca^{2+}$  dan  $Mg^{2+}$ , semakin pekat konsentrasi larutan pencuci, maka kemampuan untuk melarutkan pengotor pada garam akan

semakin berkurang. Namun dari segi kehilangan garam tidak akan sebanyak jika menggunakan larutan *brine* dengan konsentrasi rendah. Menurut Kauffman (1968), larutan *brine* sudah termasuk larutan jenuh pada 24.6 °Be dan menjadi kristal garam pada 25 °Be - 30 °Be. Sedangkan menurut Rositawati (2013), jika menggunakan konsentrasi dibawah 23 °Be *brine* dapat melarutkan banyak pengotor namun dalam kehilangan garam semakin besar sehingga penggunaan larutan *brine* dibawah 23 °Be tidak efisien.

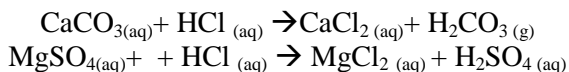
Pada tahap ini, garam yang sudah dibedakan jenis ukurannya dicuci dengan larutan *brine* 23 °Be dengan perbandingan padatan garam dan larutan *brine* yang berbeda yaitu 1:20, 1:40, 1:60. Sehingga pada massa padatan garam 20 gram akan dicuci dengan larutan *brine* sebanyak 400 ml dan begitu selanjutnya disesuaikan dengan setiap variabelnya. Pada proses pencucian garam juga terdapat proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan yang berbeda-beda yaitu 100, 200, 300 RPM. Pada proses pencucian juga diberikan waktu yang berbeda – beda yaitu 10, 30, 60 menit.

Setelah proses pencucian, padatan garam dipisahkan dari larutan *brine* secara filtrasi kemudian padatan garam dikeringkan di dalam oven selama 1 jam pada suhu 105°C dengan tujuan untuk mengurangi kadar air pada garam. Setelah dikeringkan, padatan garam ditimbang kembali untuk mengetahui banyaknya garam yang larut selama proses pencucian. Tahap selanjutnya melakukan analisa titrasi kompleksometri EDTA untuk menentukan kadar penurunan kadar  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  setelah proses pencucian.

## **IV.2 Penurunan Kadar $\text{Ca}^{2+}$ dan $\text{Mg}^{2+}$**

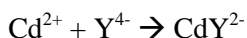
Analisa penurunan kadar  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  telah dilakukan menggunakan metode titrasi kompleksometri EDTA. Titrasi ini biasa dipakai untuk mengetahui kadar suatu logam yang ada pada limbah atau sampel tertentu (Arnold, 1960). Pada

tahap ini terdapat penambahan HCl sampai pH 3 yang bertujuan untuk membentuk  $\text{CaCl}_2$  dan  $\text{MgCl}_2$  yang merupakan pengotor di dalam garam (Sedivy,1996) sehingga reaksi yang terjadi sebagai berikut:

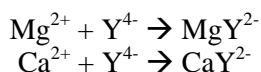


Selain untuk pembentukan  $\text{CaCl}_2$  dan  $\text{MgCl}_2$ , penambahan HCl juga berfungsi untuk mempertajam perubahan warna pada titik akhir.

Setelah penambahan HCl, ditambahkan larutan buffer pH 10. Pada titrasi kompleksometri EDTA untuk analisa logam dilakukan pada pH basa, dikarenakan propertis EDTA yaitu senyawa asam berbasas empat yang secara sederhana ditulis sebagai  $\text{H}_4\text{Y}$ . Di dalam pelarut air, senyawa ini ( $\text{H}_4\text{Y}$ ) dapat terdisosiasi menjadi beberapa spesi ( $\text{H}_3\text{Y}^-$ ,  $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$ ,  $\text{HY}^{3-}$ , dan  $\text{Y}^{4-}$ ) dengan komposisi yang bergantung pada pH larutan (Basset, 1992). Pada pH yang semakin basa, spesi yang terbentuk yaitu  $\text{Y}^{4-}$  akan semakin dominan (Harvey, 2010) dan juga hanya spesi  $\text{Y}^{4-}$  yang dapat terionisasi secara penuh sehingga diharapkan pada reaksi ini akan terbentuk ikatan kompleks logam-EDTA untuk membentuk ikatan tersebut. Spesi yang dapat berikatan dengan logam yaitu spesi  $\text{Y}^{4-}$ . Sehingga dapat diilustrasikan sebagai berikut:



Pada reaksi tersebut dicontohkan  $\text{Cd}^{2+}$  sebagai logam lalu  $\text{Y}^{4-}$  sebagai EDTA pada pH basa dan  $\text{CdY}^{2-}$  ikatan kompleks logam-EDTA (Harvey, 2010). Namun pada penelitian ini, pH basa dibatasi pH 10 dikarenakan kestabilan ikatan logam-EDTA untuk senyawa logam  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  adalah pH 10 (Basset, 1992). Pada penelitian ini, logam yang diamati adalah logam Ca dan Mg sehingga reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Pada reaksi ini logam  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  berikatan dengan  $\text{Y}^{4-}$  membentuk ikatan kompleks logam-EDTA yaitu  $\text{MgY}^{2-}$  dan  $\text{CaY}^{2-}$ .

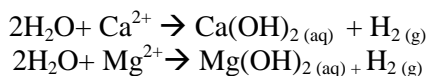
Setelah itu, ditambahkan KCN yang berfungsi untuk *masking agent* karena selain logam Ca dan Mg, terdapat logam lain yaitu Pb, Cu, dan Zn yang dapat mengganggu terbentuknya ikatan kompleks Ca-EDTA dan Mg-EDTA (Cheraghali, 2010). Jika tidak menggunakan *masking agent* dikhawatirkan yang akan berikatan dengan EDTA adalah Pb, Cu, dan Zn sehingga terbentuk Cu-EDTA, Pb-EDTA, Zn-EDTA. Dengan adanya *masking agent*, maka logam-logam pengganggu akan berikatan dengan *masking agent* namun tidak mengganggu pH. Untuk mengetahui ikatan kompleks logam-EDTA yang terdapat dalam sampel, maka telah digunakan indikator berupa *Eriochrome Black T* (EBT) yang mampu berikatan dengan ikatan kompleks logam-EDTA pada range pH 7.5 – 10.5 dan menunjukkan warna yang jelas pada pH sekitar 10. Biasanya indikator ini digunakan untuk berbagai logam yaitu Ba, Ca, Mg, Zn. Perubahan warna terjadi ketika indikator EBT dimasukkan ke dalam sampel larutan garam, warna larutan menjadi warna merah anggur. Lalu titrasi kompleksometri EDTA dilakukan sampai larutan berubah warna dari warna merah anggur menjadi biru tua. Pada titrasi ini, penggunaan HCl encer sangat penting untuk mencapai pH 3 karena jika menggunakan HCl murni/pekat, maka pH yang dihasilkan terlalu asam lalu untuk tahap selanjutnya. Apabila pH yang dihasilkan terlalu asam, maka volume larutan buffer yang dibutuhkan akan semakin banyak untuk mencapai pH 10. Dengan banyaknya volume pada larutan sampel maka dapat berpengaruh pada larutnya garam, sehingga hal tersebut dapat menyebabkan berubahnya warna sampel menjadi warna biru setelah penambahan indikator EBT. Perubahan warna biru

pada larutan setelah penambahan EBT menunjukkan bahwa dalam sampel garam kadar garam sangat kecil bahkan hilang selain itu juga dapat disebabkan oleh pH yang belum mencapai pH 10. Setelah proses titrasi, didapatkan volume titran EDTA yang dipakai dalam titrasi sampai berubah warna menjadi biru tua, yang selanjutnya digunakan untuk menghitung kadar ion Ca dan Mg.

### IV.3 Mekanisme larutnya Ca dan Mg dalam larutan *brine*

Pada garam terdapat beberapa pengotor yaitu  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{NaSO}_4$ ,  $\text{KCl}$  dan  $\text{NaBr}$  (Sedivy, 1996). Namun pengotor dengan kadar tertinggi ada pada ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  (Widayat, 2009). Semakin rendah kandungan pengotor dalam garam, maka kadar  $\text{NaCl}$  akan semakin tinggi.

Dengan menggunakan metode pencucian, kadar pengotor dapat berkurang karena  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dapat larut dalam larutan *brine*. Pada penelitian ini konsentrasi larutan *brine* yang digunakan adalah  $23^{\circ}\text{Be}$  yang artinya larutan tersebut mengandung 23% garam dan 77% air. Air tersebut yang akan melarutkan Ca dan Mg sehingga terjadi proses solvasi. Pada proses solvasi, ion atau molekul dikelilingi oleh molekul pelarut yang memiliki susunan tertentu (Chang, 2010). Sehingga reaksi yang terjadi ketika proses pencucian padatan garam sebagai berikut:



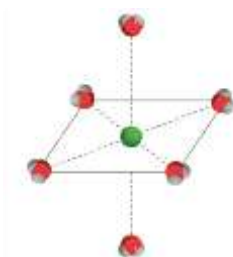
Air adalah senyawa dan pelarut polar, sehingga untuk melarutkan  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  terjadi adanya ikatan ion-dipole. Terjadinya ikatan ion-dipole terjadi pada ion berupa kation atau anion dan molekul polar.  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  adalah kation, muatan yang ada pada kation biasanya lebih terkonsentrasi karena kation biasanya berukuran lebih kecil dibandingkan dengan anion. Kuatnya ion-dipole juga tergantung pada

muatan dan ukuran ion sehingga menghasilkan momen dipole yang menentukan kuat tidaknya suatu ikatan ion-dipole. Untuk menentukan besarnya momen dipole dapat dilihat dari beberapa parameter sebagai berikut :

**Tabel 4.2** Parameter penentuan momen dipole

Komponen	Ion radius (pm)	Heat of hydration (kJ/mol)	$e$ (Tidak Berdimensi)
Mg <sup>2+</sup>	100	-1579	+2
Ca <sup>2+</sup>	72	-1926	+2
Na <sup>+</sup>	102	-406	+1

Tabel diatas merupakan data-data yang dapat dijadikan parameter untuk menentukan besarnya momen dipol pada yang berpengaruh terhadap kuat tidaknya ikatan yang terbentuk. Larutnya komponen Ca<sup>2+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> tergantung dari kuatnya ikatan ion-dipol antara Ca<sup>2+</sup> - H<sub>2</sub>O dan Mg<sup>2+</sup> - H<sub>2</sub>O. Pada table tabel IV.2.1, logam Ca<sup>2+</sup> mempunyai ion radius 100 pm dan muatan +2 lalu Mg<sup>2+</sup> mempunyai 78 pm dan muatan +2, sedangkan Na<sup>+</sup> mempunyai 102 pm dan muatan +1. Ion radius adalah jarak antara ion dengan air sehingga terbentuk ikatan seperti berikut :

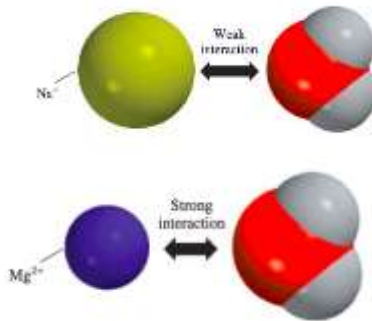


**Gambar 4.1** Struktur ikatan ion logam yang dikelilingi air

Sehingga dapat dibandingkan dari tiga ion logam dari tiga ion yang mempunyai ion radius yang paling pendek yaitu Mg<sup>2+</sup> dan mempunyai muatan besar yaitu +2 sehingga pada proses

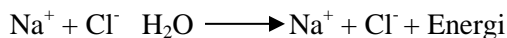


pencucian ion  $Mg^{2+}$  yang akan terlebih dahulu larut dibandingkan dengan  $Ca^{2+}$  dan  $Na^+$ . Sedangkan, ion  $Na^+$  mempunyai ion radius yang paling panjang yaitu 102 pm dan juga mempunyai muatan yang paling kecil yaitu +1. Maka dari itu ikatan ion-dipole yang paling kuat terdapat pada logam  $Mg^{2+}$  sehingga  $Mg^{2+}$  mudah larut. Sedangkan  $Ca^{2+}$  walaupun mempunyai muatan yang sama dengan  $Mg^{2+}$  namun ion radius lebih panjang dibandingkan dengan  $Mg^{2+}$ . Sedangkan  $Na^+$  mempunyai muatan yang paling kecil yaitu +1 dan mempunyai ion radius yang paling panjang sehingga ion  $Na^+$  mempunyai ikatan ion-dipole yang paling lemah dibandingkan  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$  (Chang, 2010). Sehingga ikatan ion-dipole yang terjadi sebagai berikut :



**Gambar 4.2** Struktur ikatan ion logam  $Na^+$  dan  $Mg^{2+}$  yang dikelilingi air

*Heat of Hydration* juga mempunyai pengaruh terhadap kuatnya ikatan ion-dipole (Chang, 2010) karena dengan adanya ikatan ion logam dengan air menghasilkan suatu energi. Sehingga reaksi yang terjadi sebagai berikut :



*Heat of hydration* adalah salah satu hasil dari adanya interaksi ikatan kation dan anion dengan air (Chang, 2010) sehingga

semakin besar *Heat of Hydration* yang dihasilkan maka ikatan ion-dipol juga semakin kuat.

#### IV.4 Penurunan $\text{Ca}^{2+}$ dan $\text{Mg}^{2+}$ pada berbagai ukuran partikel

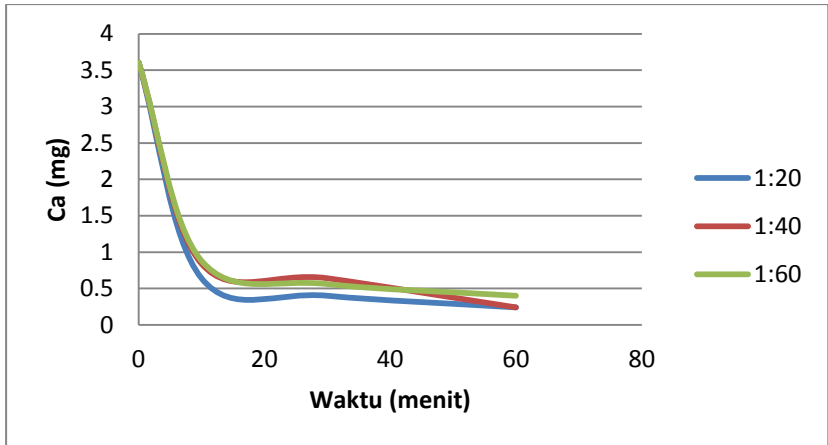
Dengan adanya mekanisme larutnya  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  tersebut maka penurunan  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dapat terjadi. Namun penurunan  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya ukuran garam, waktu pencucian, perbandingan garam dengan *brine*, dan kecepatan pengadukan. Dari penelitian ini didapatkan hasil berupa data-data hasil analisa dengan titrasi yang kemudian data-data tersebut akan masuk tahap *screening* data. Dari hasil *screening* data yang telah dilakukan, diperoleh data dari kecepatan 100 RPM adalah data terbaik. Hasil penelitian dapat dilihat dari Tabel IV.4.1.

**Tabel 4.3** Penurunan Kadar Ca dan Mg setelah pencucian

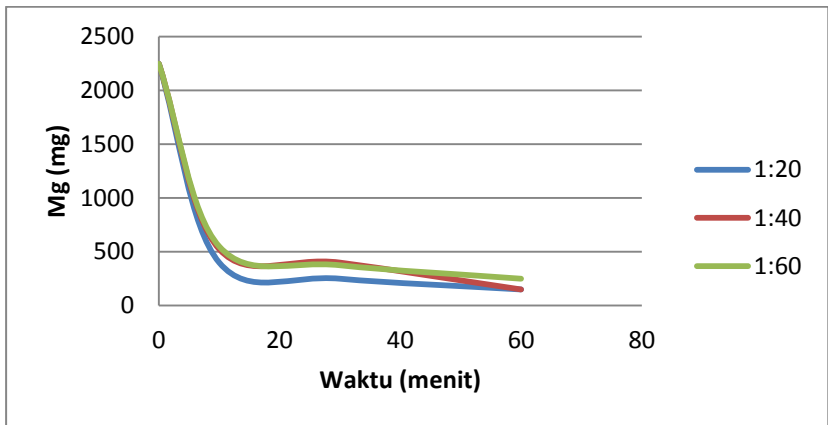
ukuran partikel (mesh)	Garam : <i>brine</i>	Waktu (menit)	Ca (mg)	Mg (mg)	% penurunan Ca	% penurunan Mg
20-35	1:20	10	0.321	199.679	91.111	91.111
20-35	1:20	30	0.240	149.760	93.333	93.333
20-35	1:20	60	0.160	99.840	95.556	95.556
20-35	1:40	10	0.481	299.519	86.667	86.667
20-35	1:40	30	0.240	149.760	93.333	93.333
20-35	1:40	60	0.200	124.800	94.444	94.444
20-35	1:60	10	0.160	99.840	95.556	95.556
20-35	1:60	30	0.160	99.840	95.556	95.556
20-35	1:60	60	0.160	149.760	95.556	93.333
10-20	1:20	10	0.481	299.519	86.667	86.667
10-20	1:20	30	0.401	249.599	88.889	88.889

ukuran partikel (mesh)	Garam : <i>brine</i>	Waktu (menit)	Ca (mg)	Mg (mg)	% penurunan Ca	% penurunan Mg
10-20	1:20	60	0.321	199.679	91.111	91.111
10-20	1:40	10	0.561	349.439	84.444	84.444
10-20	1:40	30	0.401	249.599	88.889	88.889
10-20	1:40	60	0.240	149.760	93.333	93.333
10-20	1:60	10	0.481	299.519	86.667	86.667
10-20	1:60	30	0.401	249.599	88.889	88.889
10-20	1:60	60	0.240	149.760	93.333	93.333
kasar	1:20	10	0.641	399.359	82.222	82.222
kasar	1:20	30	0.401	249.599	88.889	88.889
kasar	1:20	60	0.240	149.759	93.333	93.333
kasar	1:40	10	0.842	524.158	76.667	76.667
kasar	1:40	30	0.641	399.359	82.222	82.222
kasar	1:40	60	0.240	149.760	93.333	93.333
kasar	1:60	10	0.882	549.118	75.556	75.556
kasar	1:60	30	0.561	374.439	84.444	83.332
kasar	1:60	60	0.401	249.599	88.889	88.889

Berdasarkan hasil dari tabel 4.3 penurunan Mg cenderung lebih besar dibandingkan Ca, hal ini disebabkan karena kadar Mg dalam kristal garam lebih tinggi dari Ca sehingga perbedaan konsentrasi Mg dengan *brine* pun lebih besar. Selain itu, kelarutan Mg jauh lebih besar dibandingkan dengan kelarutan Ca. Hal ini mengakibatkan Mg lebih mudah ikut melarut dalam larutan *brine*. Pada ukuran partikel lebih kecil, Ca dan Mg cenderung lebih mudah berpindah dari dalam kristal garam menuju *brine*.



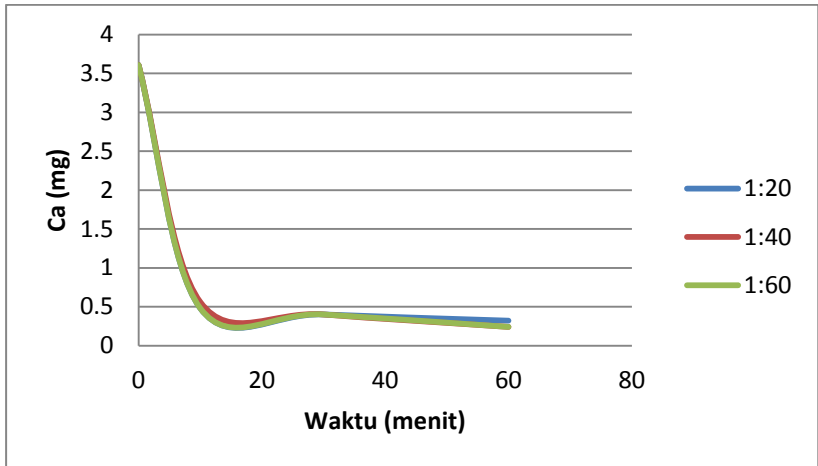
**Gambar 4.3** Grafik penurunan Ca pada ukuran kasar



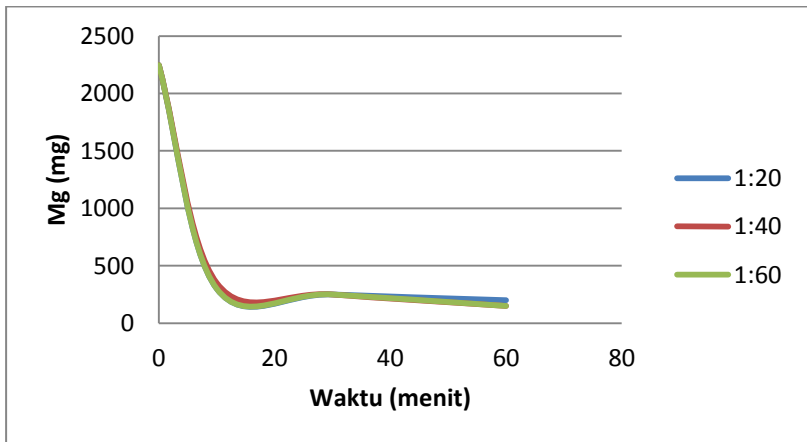
**Gambar 4.4** Grafik penurunan Mg pada ukuran kasar

Pada gambar VI.3 menjelaskan penurunan Ca pada perbandingan 1:20. Gambar IV.3 merupakan grafik penurunan Ca pada ukuran kasar. Berdasarkan Tabel IV.3 dapat dilihat persen penurunan Ca terbesar pada perbandingan 1:20 yaitu sebesar 93,333% dan perbandingan 1:40 yaitu sebesar 93,333%. Sedangkan pada ukuran 1:60 yaitu sebesar 88,889%.

Penurunan terbesar tersebut terjadi pada waktu pencucian 60 menit. Sebagaimana Ca, penurunan Mg terbesar juga terjadi pada perbandingan 1:20 dan 1:40 pada waktu pencucian 60 menit.

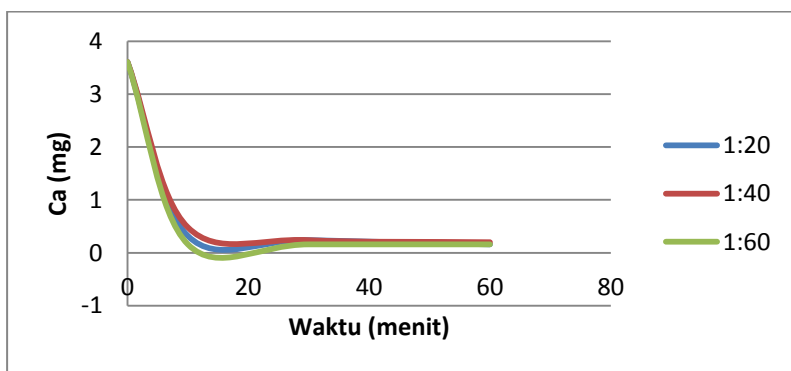


**Gambar 4.5** Grafik penurunan Ca pada ukuran 10-20 mesh

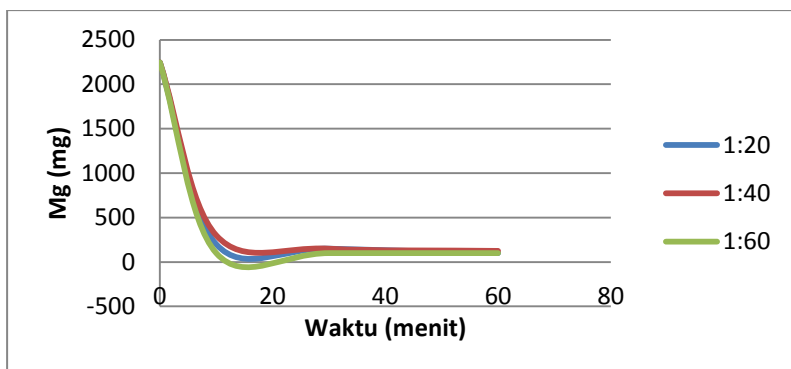


**Gambar 4.6** Grafik penurunan Mg pada ukuran 10-20 mesh

Gambar 4.5 menampilkan grafik penurunan Ca pada ukuran 10-20 mesh. Berdasarkan Tabel 4.3 persen penurunan Ca terbesar untuk ukuran 10-20 mesh yaitu pada perbandingan 1:40 sebesar 93,333% dan 1:60 sebesar 93,333% pada waktu pencucian 60 menit. Sedangkan pada perbandingan 1:20 persen penurunan sebesar 91,111% pada waktu 60 menit. Hal ini sama dengan persen penurunan Mg, penurunan terbesar terjadi pada perbandingan 1:40 dan 1:60 pada waktu pencucian 60 menit. Grafik penurunan Mg dapat dilihat pada Gambar 4.6



**Gambar 4.7** Grafik penurunan Ca pada ukuran 20-35 mesh



**Gambar 4.8** Grafik penurunan Mg pada ukuran 20-35 mesh

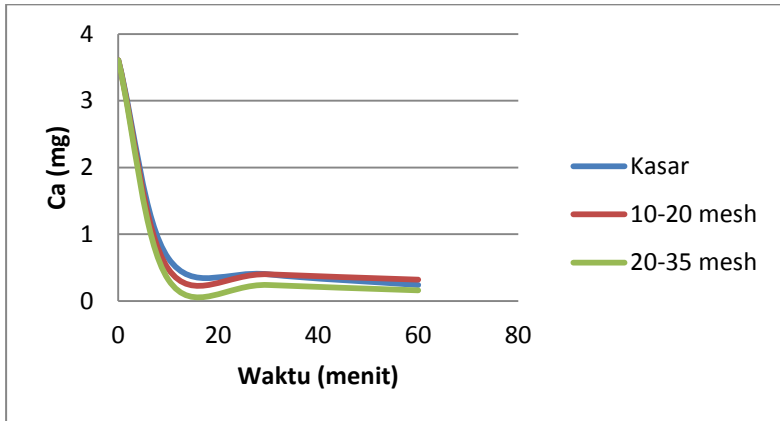
Gambar 4.7 Menampilkan persen penurunan Ca pada ukuran 20-35 mesh. Berdasarkan Tabel 4.3, persen penurunan Ca terbesar terjadi pada perbandingan 1:20 sebesar 95,556% pada waktu pencucian 60 menit dan pada perbandingan 1:60 sebesar 95,556 pada waktu 10, 30, dan 60 menit. Pada perbandingan 1:60 terlihat bahwa waktu tidak berpengaruh karena tidak adanya perubahan penurunan Ca. Pada Mg juga terjadi hal yang sama dengan Ca, persen penurunan Mg terbesar juga terjadi pada perbandingan 1:20 dan perbandingan 1:60. Grafik penurunan Mg dapat dilihat pada Gambar 4.8.

Dari 6 grafik di atas dapat dilihat bahwa pada ukuran kasar dan 10-20 mesh memberikan penurunan yang tidak signifikan, sedangkan pada ukuran 20-35 mesh memberikan penurunan yang cukup signifikan. Penurunan kadar Ca yang signifikan dilihat dari % penurunan kadar Ca. Dari kadar Ca awal yaitu 3.6072 mg menjadi 0.160 mg sehingga menghasilkan % penurunan Ca sebesar 95.556% pada variabel ukuran garam 20-35 mesh, perbandingan garam *brine* 1:60, lama pengadukan 60 menit. Sedangkan pada variabel yang sama dengan ukuran 10-20 mesh menghasilkan % penurunan Ca sebesar 93.333% dan juga jika dibandingkan dengan variabel ukuran kasar % penurunan Ca sebesar 88.889%. Sehingga dengan adanya pengecilan ukuran berpengaruh pada % penurunan Ca.

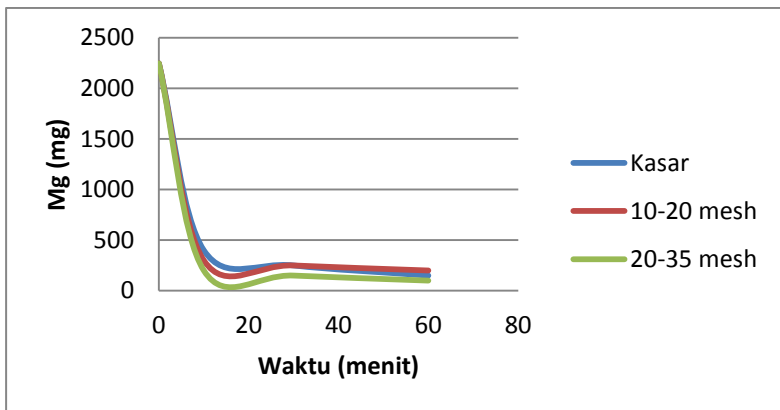
#### **IV.5 Penurunan Ca dan Mg berdasarkan berbagai perbandingan Garam dan *brine***

Perbandingan garam dan *brine* mempengaruhi kualitas garam yang dihasilkan dari proses pemurnian. Semakin besar perbandingan garam dan *brine*, larutan *brine* yang digunakan semakin banyak sehingga pengotor yang dapat dikeluarkan dari kristal garam juga semakin banyak. Hal ini menyebabkan Ca dan Mg pada garam hasil pencucian semakin sedikit dan garam menjadi semakin murni dengan kadar NaCl yang semakin tinggi. Perbandingan garam dan *brine* ikut menentukan seberapa efektif dan efisien proses pencucian

dilakukan. Berikut ini merupakan grafik penurunan Ca dan Mg pada berbagai perbandingan garam dan *brine*.



**Gambar 4.9** Grafik penurunan Ca pada perbandingan 1:20



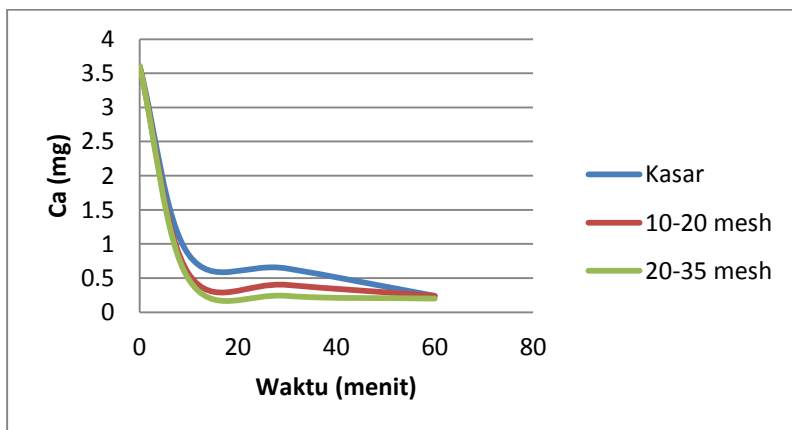
**Gambar 4.10** Grafik penurunan Mg pada perbandingan 1:20

Pada Gambar 4.9 pada ukuran kasar menggambarkan bahwa penurunan Ca pada menit ke 10 mengalami penurunan dari kadar Ca awal sebesar 3.6072 mg menjadi 0.842 mg sehingga didapat % penurunan Ca yang terjadi sebesar

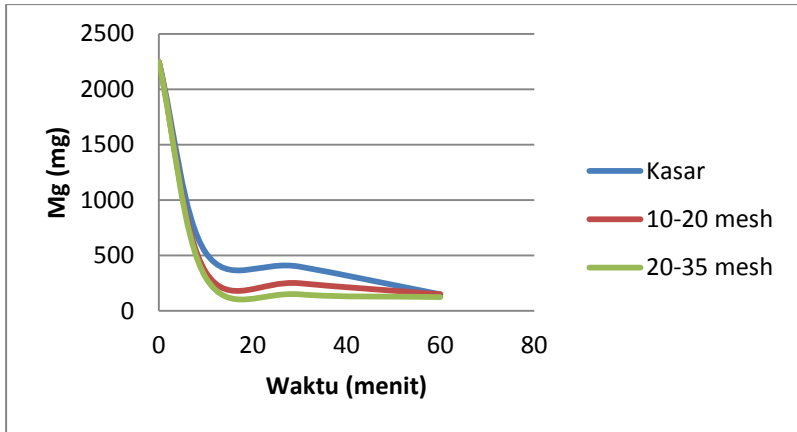


82.222%. Pada menit ke 30, kadar Ca dari kadar awal sebesar 3.6072 mg menjadi 0.641 sehingga % penurunan Ca sebesar 88.889%. lalu pada menit ke 60 kadar Ca menjadi 0.240 dengan % penurunan Ca sebesar 93.333%. sedangkan pada ukuran 10-20 mesh dengan waktu 10 menit, 30 menit, dan 60 menit, kadar Ca yang didapat sebesar 0.481, 0.401, 0.321 mg dengan % penurunan kadar Ca sebesar 86.667%, 88.889%, dan 91.111%. Lalu untuk ukuran 20-35 mesh variabel waktu yang sama kadar Ca yang didapat 0.321, 0.240, 0.160 mg dengan % penurunan kadar Ca sebesar 91.111%, 93.333%, 95.556%.

Pada variabel ukuran 20-35 memiliki % penurunan Ca yang besar dibandingkan dengan ukuran kasar dan 10-20 mesh karena dengan adanya reduksi ukuran sehingga pengotor yang didalam garam dapat keluar ke permukaan garam dan larut dengan *brine*. Semakin lama waktu pencucian maka kadar Ca yang didapatkan semakin rendah. Pengaruh adanya perbedaan ukuran juga berpengaruh pada %penurunan kadar Mg, sehingga %penurunan kadar Mg berbanding lurus dengan penurunan kadar Ca.



**Gambar 4.11** Grafik penurunan Ca pada perbandingan 1:40

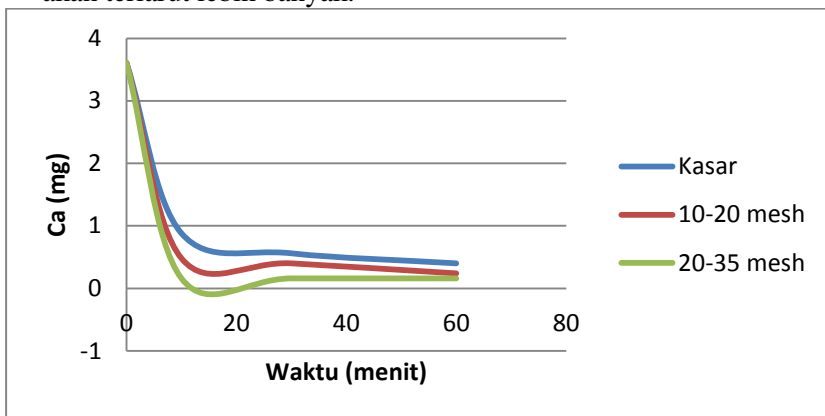


**Gambar 4.12** Grafik penurunan Mg pada perbandingan 1:40

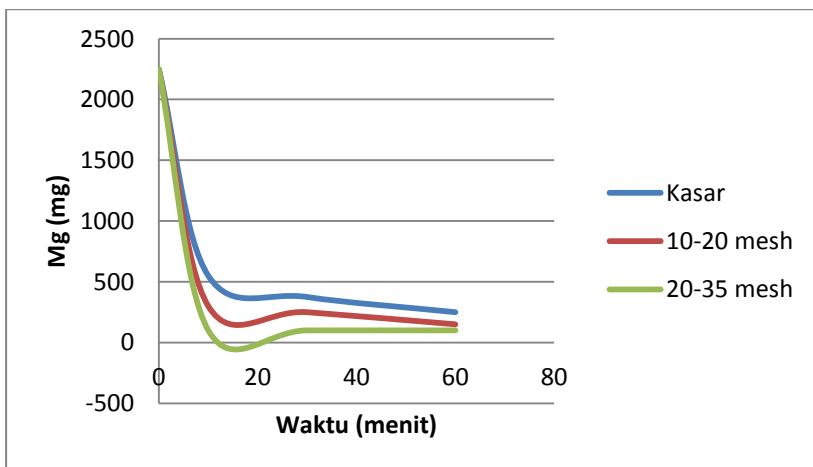
Pada Gambar 4.11 dan Gambar 4.12 menggambarkan penurunan kadar Ca dan Mg dengan perbandingan garam dan *brine* 1:40. Pada garam ukuran kasar dengan variabel 10, 30, 60 menit didapatkan penurunan Ca sehingga didapatkan 0.842, 0.641, 0.240 mg dengan %penurunan kadar Ca 76.667%, 82.222%, dan 93.333%. Untuk ukuran garam 10-20 mesh kadar Ca yang didapat dengan variabel waktu yang sama yaitu 0.561, 0.401, 0.240 mg dan %penurunan kadar Ca yang di dapat 84.444%, 88.889%, 93.333%. Lalu pada ukuran 20-35 mesh didapatkan kadar Ca sebesar 0.481, 0.240, 0.2 mg. Sedangkan, untuk penurunan kadar Mg juga mengalami penurunan berbanding lurus dengan penurunan Ca.

Pada waktu 30 menit dan 60 menit perubahan kadar Ca tidak terlalu signifikan dikarena kan semakin lama waktu maka ada padatan garam yang ikut larut yang membuat larutan *brine* jenuh sehingga mengurangi kemampuan *brine* untuk melarutkan pengotor, begitu juga dengan penurunan kadar Mg. Selain itu, dibandingkan dengan ukuran kasar dan ukuran 10-20 mesh bahwa dengan semakin besar perbandingan garam dan *brine* maka penurunan Ca akan semakin besar dan juga

dengan banyaknya pelarut sehingga pengotor-pengotor juga akan terlarut lebih banyak.



**Gambar 4.13** Grafik penurunan Ca pada perbandingan 1:60



**Gambar 4.14** Grafik penurunan Mg pada perbandingan 1:60

Gambar 4.13 dan Gambar 4.14 merupakan grafik penurunan Ca dan Mg dengan perbandingan garam dan Brine 1:60. Kadar Ca pada ukuran kasar setelah proses pencucian

dengan waktu pencucian 10, 30, 60 menit menjadi 0.882, 0.561, 0.401 mg dengan %penurunan Ca sebesar 75.56%, 84.444%, dan 88.889%. Sedannngkan dengan ukuran 10-20 mesh kadar Ca yang didapat dengan variabel waktu yang sama yaitu 0.481, 0.401, dan 0.240 mg untuk % penurunan Ca sebesar 86.667%, 88.889%, dan 93.333%. Untuk variabel 20-35 mesh didapatkan kadar Ca sebesar 0.16 mg untuk variabel waktu 10, 30, dan 60 menit.

Tidak adanya penurunan kadar Ca pada variabel 20-35 mesh disebabkan karena dengan ukuran yang kecil garam lebih mudah larut disertai banyaknya volume larutan *brine*, maka garam lebih mudah larut. Dengan larutnya garam membuat larutan *brine* semakin jenuh sehingga kemampuan *brine* untuk melarutkan Ca pada garam berkurang sampai tidak dapat melarutkan pengotor lagi. Oleh karena itu, pada variabel ukuran 20-35 untuk perbandingan garam dan Brine serta lama proses pencucian tidak berpengaruh. Hal tersebut juga terjadi pada penurunan kadar Mg dimana pada grafik kadar Mg mengalami penurunan yang dipengaruhi oleh ukuran garam dan juga volume Brine. Sehingga penurunan kadar Ca dan Mg berbanding lurus.

Jika dibandingkan pada Gambar 4.9, Gambar 4.11, dan Gambar 4.13 menunjukkan bahwa pada perbandingan 1:60, Ca mengalami penurunan yang cukup signifikan pada ukuran kasar 10-20 mesh, begitu juga pada ukuran 20-35 mesh. Pada ukuran 10-20 mesh dengan variabel 60 menit, perbandingan garam : *brine* yang dapat menghasilkan % penurunan Ca dan Mg tertinggi sebesar 93.333% terjadi pada variabel perbandingan 1:60. Begitu juga dengan ukuran 20-35 dengan variabel 60 menit, perbandingan garam:*brine* yang menghasilkan % penurunan Ca tertinggi sebesar 95.556% juga pada variabel perbandingan garam dan *brine* 1:60. Sehingga kadar Ca yang terkandung pada ukuran 10-20 mesh sebesar 0.240 mg dan ukuran 20-35 mesh sebesar 0.160 mg. Namun hal tersebut tidak berlaku pada ukuran kasar pada perbandingan 1:20, % penurunan mencapai 93.333%, lalu

pada 1:40 juga mencapai 93.333% sedangkan pada perbandingan 1:60 hanya mencapai 88.889%. Peristiwa tersebut dikarenakan selama waktu 60 menit banyak padatan garam yang larut sehingga larutan menjadi jenuh, karena larutan *brine* yang jenuh kemampuan larutan *brine* melarutkan pengotor pada garam berkurang. Namun dengan perbandingan garam dan *brine* 1:60 kurang efisien karena semakin banyak garam yang dimurnikan maka *brine* yang dibutuhkan juga akan semakin banyak.

#### **IV.6 Kualitas garam hasil pencucian pada berbagai waktu pencucian**

Waktu pencucian menjadi salah satu faktor yang menentukan kualitas garam pada pemurnian garam dengan metode pencucian. Semakin lama waktu pencucian maka semakin lama garam kontak dengan larutan *brine*, sehingga pengotor yang terdapat di kristal garam dapat tereduksi lebih banyak dan pengotor yang tertinggal dalam kristal garam semakin sedikit. Hal ini menyebabkan kemurnian garam meningkat dengan kadar yang semakin tinggi.

Pada waktu pencucian yang semakin lama, larutan *brine* yang digunakan akan semakin mengandung Ca dan Mg sehingga perpindahan Ca dan Mg dari dalam kristal menuju larutan pun menjadi semakin lambat. Hal ini menyebabkan Ca dan Mg sulit untuk direduksi atau bahkan tidak dapat direduksi lagi.

#### **IV.7 Kualitas garam hasil pencucian**

Dari tabel IV.4.1 kemudian diambil sampel yang terbaik dan diuji kadar garamnya dengan menggunakan analisa AAS. Berikut ini hasil yang diperoleh dari analisa AAS :

**Tabel 4.4** Tabel hasil analisa NaCl

ukuran	garam : brine	% Ca	% Mg	% NaCl	yield NaCl
Kasar	1:20	0.21	0.4	88.12	1.03161

	1:40	0.2	0.41	93.18	1.09085
	1:60	0.15	0.58	88.2	1.03255
10-20	1:20	0.11	0.1	91.93	1.07621
	1:40	0.09	0.31	90.65	1.06123
	1:60	0.28	0.11	90.65	1.06123
20-30	1:20	0.17	0.15	90.65	1.06123
	1:40	0.44	0.02	89.38	1.04636
	1:60	0.1	0.004	94.45	1.10571

Berdasarkan tabel tersebut, diperoleh hasil terbaik yaitu kadar NaCl sebesar 94.45% yaitu pada ukuran 20-35 mesh. Karena dengan adanya pengecilan ukuran membuka kisi-kisi pada kristal sehingga pengotor-pengotor seperti  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dapat keluar ke permukaan garam selain itu dengan ukuran partikel yang lebih kecil membuat luas permukaan kontak antara kristal garam dengan larutan *brine* menjadi lebih besar, sehingga perpindahan massa pengotor, terutama yang berada di permukaan Kristal menjadi lebih mudah. Jarak tempuh pengotor yang terjebak dalam kisi Kristal ke permukaan kristal menjadi lebih pendek, sehingga pengotor lebih cepat tereduksi.

Untuk memenuhi garam industri SNI kadar NaCl yang harus dipenuhi sebesar 98.5%, kadar Ca maksimal 0.1%, kadar Mg maksimal 0.06% seperti dicantumkan pada Bab II. Pada penelitian ini kadar NaCl tertinggi mencapai 94.45 %, kadar Ca 0.1% dan kadar Mg 0.004%. Dengan adanya perbedaan kadar NaCl juga dipengaruhi komponen-komponen lain pada garam terutama kadar air yang mempunyai presentase paling besar dan juga sifat garam yang higroskopis. Masuknya air juga berasal dari udara yang mengandung *moisture* sehingga dengan adanya *moisture* dapat melarutkan NaCl. Selain itu, peningkatan higroskopik juga disebabkan oleh ukuran partikel yang kecil ( Zieger dkk, 2017) sehingga *moisture* yang akan diserap akan semakin banyak.

#### **IV.8 Hilang garam**

Pemurnian garam dengan metode pencucian memungkinkan adanya kehilangan garam. Hilang garam dapat berupa Ca, Mg, debu, dan NaCl yang ikut melarut pada saat proses pencucian. Pencucian dilakukan menggunakan larutan *brine* yang mendekati jenuh sehingga meminimalisir larutnya NaCl dan hanya pengotor saja yang ikut larut. Dalam penelitian ini kehilangan garam berkisar antara 0.11% - 1.3 %

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **V.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Pemurnian garam menggunakan metode pencucian dengan *Brine* dapat dilakukan untuk meningkatkan kualitas garam rakyat.
2. Pada penelitian ini variabel yang ditentukan seperti ukuran garam, waktu proses pencucian, kecepatan pengadukan, dan perbandingan garam : *brine* mempunyai pengaruh terhadap kualitas garam rakyat dengan adanya penurunan kadar Ca dan Mg. Semakin kecil ukuran garam maka garam yang dihasilkan semakin murni, sedangkan pada waktu pencucian semakin lama maka semakin banyak kadar Ca dan Mg yang terlarut. Pada perbandingan garam dan brine, semakin banyak brine yang digunakan maka semakin banyak Ca dan Mg yang tereduksi, tetapi hal ini kurang efektif.
3. Kondisi terbaik pada proses pencucian ini adalah pada RPM 100, perbandingan 1:60 pada waktu 10 menit. Pada kondisi ini diperoleh kadar garam terbesar sebesar 94,45% dan dapat menurunkan Ca dan Mg sebesar 95,556%

#### **V.2 Saran**

Beberapa saran yang diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk menentukan kondisi optimal pada proses pencucian ini.
2. Perlu dilakukan penelitian dengan metode pencucian secara kontinyu.



## DAFTAR PUSTAKA

- Basset, J., R.C. Denney, G.H. Jeffery dan J. Mendham. 1994. *"Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic Analysis 4<sup>th</sup> edition"*. Longman Group UK limited, London.
- Chang, R. 2010. *"Chemistry 10<sup>th</sup> edition"*. McGraw-Hill, New York.
- Cheraghali, A. M., K. Farzard dan F. Noroldin. 2008. *"Heavy Metals Contamination of Table Salt Consumed in Iran"*. Department of Toxicology and Pharmacology and Chemical Injuries Research Center University of Baqiyatallah Sciences, Tehran, Iran.
- Harvey, D., 2000. *"Chemistry Modern Analytical Chemistry"*. McGraw-Hill Companies, New York.
- Kaufmann, W. D. 1960. *"Sodium Chloride: The Production and Properties of Salt and Brine"*. Hafner Publishing Company, inc, New York.
- Martina, A., R. Judy dan K. Ginanjar. 2016. *"Pengaruh Kualitas Bahan Baku dan Rasio Umpan Terhadap Pelarut Pada Proses Pemurniaan Garam Dengan Metode Hidroekstraksi Batch"*. Jurusan Teknik Kimia Universitas Katolik Parahyangan, Bandung.
- Othmer, K. 1969. *"Encyclopedia of Chemical Technology, 2<sup>nd</sup> ed vol 18"*. John Wiley and Sons, USA.
- Perry, R.H., dan D. Green. 1999. *"Perry's Chemical Engineer's Handbook"*. McGraw-Hill Book Company, New York.
- Purbani, D. 2011. *"Proses Pembentukan Kristalisasi Garam"*. Pusat Riset Wilayah Laut dan Sumberdaya Nonhayati Badan Riset Kelautan dan Perikanan Departemen Kelautan dan Perikanan.
- Rand, M.C., A. E. Greenberg dan M. J. Taras. 1960. *"Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater"*. American Public Health Association. Washington, DC.

- Rositawati, L. A., M. C. Taslim dan D. Soetrisnanto. 2013. *“Rekristalisasi Garam Rakyat Dari Daerah Demak Untuk Mencapai SNI garam Industri”*. Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro, Semarang.
- Saksono, N. 2002. *“Studi Pengaruh Proses Pencucian Garam Terhadap Komposisi Dan Stabilitas Yodium Garam Konsumsi”*. Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia Universitas Indonesia, Depok.
- Sedivy, V.M. 1996. *“Purification Of Salt for Chemical and Human Consumption”*. Zurich, Switzerland.
- Widayat. 2009. *“ Production of Industry Salt with Sedimentation – Microfiltration Process: Optimization of Temperature and Concentration by Using Surface Response Methodology”*. Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro, Semarang.
- Zieger, P., O. Valsanen and J.C. Corbin. 2017. *“Revising The Hygroscopicity of Inorganic Sea Salt Particles”*. Nature Communication, Switzerland.
- <http://www.bbc.com/indonesia/indonesia-40792179>. Diakses pada tanggal 12 Agustus 2017
- <http://www.kemenperin.go.id/artikel/9436/Potensi-Industri-Garam-Belum-Dioptimalkan>. Diakses pada tanggal 18 Agustus 2017
- <http://statistik.kkp.go.id/sidatik-dev/Berita/Analisis%20Produksi%20Garam%20Indonesia>. Diakses pada tanggal 14 Maret 2017.

## APPENDIKS A

### A. Perhitungan faktor EDTA

$$F = \frac{1}{\text{vol EDTA}} \text{ (mg Ca/ml)}$$

$$F = \frac{2.5}{\text{vol EDTA}} \text{ (mg CaCO}_3\text{/ml)}$$

Diperoleh volume EDTA dari hasil titrasi sebanyak :  
0.1 ml, sehingga diperoleh faktor EDTA sebesar :

$$F = \frac{1}{0.1} = 0.1 \text{ mg Ca/ml}$$

$$F = \frac{2.5}{0.1} = 25 \text{ mg CaCO}_3\text{/ml}$$

### B. Perhitungan Hardness Total

$$\text{Hardness total} = \frac{A \times B \times 1000}{\text{ml contoh}}$$

Keterangan :

A : Volume EDTA yang terpakai

B : Faktor EDTA dalam CaCO<sub>3</sub>

Pada variabel ukuran kasar, perbandingan 1:20, waktu pencucian 10 menit dan kecepatan 100 rpm diperoleh hasil titrasi dengan EDTA sebanyak 0.8 ml dengan contoh yang dititrasi sebanyak 50 ml maka hardness total dapat diperoleh sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Hardness total} &= \frac{0.8 \times 25 \times 1000}{50} \\ &= 400 \text{ mg CaCO}_3\text{/ml} \end{aligned}$$

### C. Perhitungan Ca

$$\text{Ca} = \frac{A \times B \times 400.8}{\text{ml contoh}}$$

Keterangan :

A : Volume EDTA yang terpakai

B : Faktor EDTA dalam Ca

Pada variabel ukuran kasar, perbandingan 1:20, waktu pencucian 10 menit dan kecepatan 100 rpm diperoleh hasil titrasi dengan EDTA sebanyak 0.8 ml dengan contoh yang dititrasi sebanyak 50 ml maka hardness total dapat diperoleh sebagai berikut :

$$Ca = \frac{0.8 \times 0.1 \times 400.8}{50} = 0.64128 \text{ mg Ca/ml}$$

D. Perhitungan Mg

$$Mg = \text{hardness total} - Ca$$

Dari perhitungan hardness dan Ca diatas sehingga diperoleh Mg sebagai berikut :

$$Mg = 400 - 0.64128 = 399.35872 \text{ mg Mg/ml}$$

## APPENDIKS B

### A. Hasil analisa dengan titrasi EDTA pada ukuran kasar

Kasar				
Garam : Brine	Waktu	RPM	Ca (mg)	Mg (mg)
1:20	10 menit	100	0.64128	399.3587
		200	1.44288	898.5571
		300	0.16032	99.83968
	30 menit	100	0.4008	249.5992
		200	0.96192	599.0381
		300	0.16032	99.83968
	60 menit	100	0.24048	149.7593
		200	0.16032	99.83968
		300	0.4008	299.5992
1:40	10 menit	100	0.84168	524.1583
		200	0.72144	449.2786
		300	0.96192	599.0381
	30 menit	100	0.64128	399.3587
		200	0.56112	349.4389
		300	0.32064	199.6936
	60 menit	100	0.24048	149.7595
		200	0.2004	124.7996
		300	0.16032	99.83968
1:60	10 menit	100	0.88176	549.1182
		200	0.32064	199.6794
		300	0.4008	249.5992
	30 menit	100	0.56112	374.4389
		200	0.32064	199.6794
		300	0.16032	99.83968

	60 menit	100	0.4008	249.5992
		200	0.16032	99.83968
		300	0.280545	174.7195

B. Hasil analisa dengan titrasi EDTA pada ukuran 10-20 mesh

10-20 mesh				
Garam : Brine	Waktu	RPM	Ca (mg)	Mg (mg)
1:20	10 menit	100	0.48096	299.51904
		200	0.64128	399.35872
		300	0.36072	224.63928
	30 menit	100	0.24048	149.75952
		200	0.44088	274.55912
		300	0.4008	249.5992
	60 menit	100	0.16032	199.67936
		200	0.4008	249.5992
		300	0.36072	224.63928
1:40	10 menit	100	0.56112	349.43888
		200	0.2004	124.79825
		300	0.4008	249.5992
	30 menit	100	0.4008	249.5992

		200	0.28056	174.71944
		300	0.32064	199.67936
	60 menit	100	0.24048	149.75952
		200	0.36072	224.63928
		300	0.32064	199.67936
1:60	10 menit	100	0.48096	299.51904
		200	0.44088	274.55912
		300	0.48096	299.51904
	30 menit	100	0.4008	299.51904
		200	0.84168	524.15832
		300	0.48096	299.51904
	60 menit	100	0.24048	149.75952
		200	0.2004	124.7996
		300	0.28056	174.71944

C. Hasil analisa dengan titrasi EDTA pada ukuran kasar

20-35 mesh				
Garam : Brine	Waktu	RPM	Ca (mg)	Mg (mg)
1:20	10 menit	100	0.32064	199.6794
		200	0.36072	224.6393
		300	0.32064	199.6794
	30 menit	100	0.24048	149.7595

		200	0.4008	249.5992	
		300	0.4008	249.5992	
		60 menit	100	0.16032	99.83968
			200	0.32064	199.6794
			300	0.28056	174.7194
1:40	10 menit	100	0.44088	274.5591	
		200	0.44088	274.5591	
		300	0.24048	149.7595	
	30 menit	100	0.24048	149.7595	
		200	0.16032	99.83968	
		300	0.16032	99.83968	
	60 menit	100	0.2004	124.7996	
		200	0.16032	99.83968	
		300	0.24048	149.7595	
1:60	10 menit	100	0.16032	99.38968	
		200	0.48096	299.519	
		300	0.52104	324.479	
	30 menit	100	0.16032	99.38968	
		200	0.16032	99.38968	
		300	0.28056	174.7194	
	60 menit	100	0.16032	99.38968	
		200	0.24048	149.7595	
		300	0.2004	124.7996	



## BIODATA PENULIS

### PENULIS 1



**Aulia Faizatun Nabila**, dilahirkan di Boyolali, Jawa Tengah pada 22 April 1995. Menempuh pendidikan formal di SD Negeri Penggung I Boyolali, SMP Negeri 1 Boyolali, dan SMA Negeri 1 Surakarta. Selanjutnya penulis melanjutkan studi di Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri ITS pada tahun 2013 dan terdaftar dengan NRP 02211340000068. Penulis melakukan penelitian di Laboratorium Teknologi Biokimia. Melalui bimbingan bapak Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng. Penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Studi Pemurnian Garam Rakyat Menggunakan Metode Pencucian Dengan Brine**”

*Contact Person*

Email : [auliafaiza8@gmail.com](mailto:auliafaiza8@gmail.com)

## BIODATA PENULIS

### PENULIS 2



**Ratih Khoirunnisa**, lahir pada 14 Juli 1995 di Bekasi – Jawa Barat. Menempuh pendidikan formal di SD Negeri V Kota Bekasi, SMP Negeri 1 Kota Bekasi, dan SMA Negeri 1 Kota Bekasi. Selanjutnya penulis melanjutkan studi di Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri ITS pada tahun 2013 dan terdaftar dengan NRP 02211340000150. Semasa kampus perjuangan ITS, penulis melakukan penelitian di Laboratorium Teknologi Biokimia. Melalui bimbingan bapak Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng. Penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Studi Pemurnian Garam Rakyat Menggunakan Metode Pencucian Dengan Brine**”

*Contact Person*

Email : [ratikhkhoirunnisa1995@gmail.com](mailto:ratikhkhoirunnisa1995@gmail.com)