



TUGAS AKHIR – SF 184801

**PENGARUH LARUTAN ETANOL DAN ETILIN GLIKOL
TERHADAP PEMBENTUKAN FASA ARAGONIT
DENGAN MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN
LARUTAN**

**EKA CAHYA RAMADHAN
NRP 0111164000054**

**Dosen Pembimbing
Dr. Zaenal Arifin, M.Si.**

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**



TUGAS AKHIR – SF 184801

**PENGARUH LARUTAN ETANOL DAN ETILIN GLIKOL
TERHADAP PEMBENTUKAN FASA ARAGONIT
DENGAN MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN
LARUTAN**

**EKA CAHYA RAMADHAN
NRP 01111640000054**

**Dosen Pembimbing
Dr. Zaenal Arifin, M.Si.**

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**



FINAL PROJECT - SF 184801

**EFFECT OF ETHANOL AND ETHYLENE GLYCOL
SOLUTION OF ARAGONITE PHASE USING SOLUTION
MIXING METHOD**

**EKA CAHYA RAMADHAN
NRP 0111164000054**

**Supervisor
Dr. Zaenal Arifin, M.Si.**

**DEPARTMENT OF PHYSICS
Faculty of Sciences and data analytics
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2020**

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH LARUTAN ETANOL DAN ETILIN GLIKOL
TERHADAP PEMBENTUKAN FASA ARAGONIT
DENGAN MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN
LARUTAN**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

EKA CAHYA RAMADHAN
NRP 0111164000054

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :

Dr. Zaenal Arifin, M.Si
NIP. 196511050 199102 1 002



Surabaya, 3 Agustus 2020

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

PENGARUH LARUTAN ETANOL DAN ETILIN GLIKOL TERHADAP PEMBENTUKAN FASA ARAGONIT DENGAN MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN LARUTAN

Nama : Eka Cahya Ramadhan
NRP : 01111640000054
Departemen : Fisika, FSAD-ITS
Pembimbing : Dr. Zaenal Arifin, M.Si.

Abstrak

Sintesis kalsium karbonat presipitat (PCC) dengan menggunakan metode pencampuran larutan telah berhasil dilakukan. Penambahan etanol atau etilin glikol ke dalam reaksi larutan CaCl_2 dan Na_2CO_3 dihasilkan endapan CaCO_3 dengan fasa yang berbeda. Sintesis PCC menggunakan variasi pelarut etanol dan etilin glikol, variasi temperatur 60°C , 75°C dan 80°C , dan variasi konsentrasi reaktan 0,25 M dan 0,5 M. Hasil karakterisasi endapan CaCO_3 dengan XRD dan SEM menunjukkan bahwa pembentukan fasa dan morfologi partikel dipengaruhi oleh variasi etanol dan etilin glikol, temperatur, dan konsentrasi. Dominan terbentuk fasa kalsit pada variasi etanol dan dominan terbentuk fasa aragonit pada variasi etilin glikol. Peningkatan konsentrasi pada temperatur 90°C diikuti peningkatan fasa aragonit yang terbentuk pada penambahan etanol sebesar 6,2%wt, sedangkan penambahan etilin glikol sebesar 47,3%wt. Peningkatan temperatur dari 60°C sampai 75°C pada penambahan etanol 0,5 M terjadi penurunan fasa aragonit sebesar 17,3%wt, sedangkan penambahan etilin glikol terjadi peningkatan fasa aragonit sebesar 48,6%wt. Morfologi fasa kalsit dan aragonit pada etanol yaitu kalsit: rhombic (kubus), dan aragonit: flower-like dan needle-like dan pada etilin glikol yaitu aragonit: needle-like.

***Kata kunci : Aragonit, Etanol, Etilin Glikol, Kalsium Karbonat
Presipitat, Pencampuran Larutan***

EFFECT OF ETHANOL AND ETHYLENE GLYCOL SOLUTION OF ARAGONITE PHASE USING SOLUTION MIXING METHOD

Name : Eka Cahya Ramadhan
Student Number : 0111164000054
Department : Fisika, FSAD-ITS
Supervisor : Dr. Zaenal Arifin, M.Si.

Abstract

Synthesis of Calcium carbonate precipitate (PCC) using the solution mixing method has been successfully carried out. The addition of ethanol or ethylene glycol to the reaction of CaCl_2 and Na_2CO_3 solutions resulted in deposition of CaCO_3 with different phases. PCC synthesis used variation of solvents are ethanol and ethylene glycol, variation of temperature 60°C , 75°C and 80°C , and variation of concentration of solution are 0,25 M and 0,5 M. The results of the characterization of CaCO_3 deposits by XRD and SEM showed that the phase formation and particle morphology were influenced by variations in ethanol and ethylene glycol, temperature, and concentration. The dominant calcite phase was formed in the ethanol variation and the dominant phase was the aragonite phase in the ethylene glycol variation. The increase in concentration at 90°C was followed by an increase in the aragonite phase formed in the addition of ethanol by 6.2% wt, while the addition of ethylene glycol was 47.3% wt. The increase in temperature from 60°C to 75°C on the addition of 0.5 M ethanol decreased aragonite phase by 17.3% wt, while the addition of ethylene glycol increased aragonite phase by 48.6% wt. The morphology of the calcite and aragonite phases in ethanol is calcite: rhombic (cube), and aragonite:

*flower-like and needle-like and in ethylene glycol is aragonite:
needle-like.*

***Kata kunci : Aragonite, Ethanol, Ethylene Glycol, Precipitated
Calcium Carbonate, Solution Route***

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan berkah, rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir. Tidak lupa Sholawat serta salam kepada junjungan Nabi Muhammad SAW. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar sarjana di Departemen Fisika FSAD ITS dengan judul :

“PENGARUH LARUTAN ETANOL DAN ETILIN GLIKOL TERHADAP PEMBENTUKAN FASA ARAGONIT DENGAN MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN LARUTAN”

Tulisan ini diharapkan dapat membantu mahasiswa maupun warga Indonesia lainnya. Penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih secara khusus kepada :

1. Kedua orang tua tercinta, Ayah Rahmad Hidayat dan Ibu Mujiati Ningsih yang telah memberikan semua hal terbaik bagi penulis, terutama doa restunya.
2. Bapak Dr. Zaenal Arifin, M.Si sebagai dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah membagi pengalaman, memberikan bimbingan, wawasan, dan sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Bapak Prof. Dr.rer.nat Agus Rubiyanto, M.Eng.Sc. sebagai dosen wali yang selalu memberikan bimbingan dan arahan yang membangun bagi penulis.
4. Seluruh dosen dan *staff* pengajar Program Studi Sarjana Departemen Fisika FSAD ITS yang telah membantu penulis selama proses perkuliahan.
5. Adik tersayang penulis, Aditya Nanda Hidayat yang menjadi penyemangat selama proses pengerjaan Tugas Akhir.

6. Nurul Aulia Reza sebagai teman diskusi dan juga selalu menemani penulis dalam keadaan suka maupun duka.
7. Teman-teman tim penelitian CaCO_3 , Shagita, Anis, Mas Fahrur, dan Mbak Puan sebagai teman diskusi terkait penelitian dan menemani dalam proses pengerjaan Tugas Akhir ini.
8. Teman – teman Kontrakan hingga akhir perkuliahan, Yusuf, Rakha, Kanzul, Gutivan, dan Dayat yang telah menemani perjalanan penulis selama menjalani studi di Fisika FSAD ITS.
9. Teman-teman Calon - Calon Mawapres teman seperjuangan, Welli, Yusuf, Deo, Vio, Septi, Kanzul, Ari, Rakha, dan Gutivan yang selalu memberi dukungan dan semangat dalam pengerjaan Tugas Akhir.
10. Teman – teman laboratorium Zat padat, keramik, dan terutama Lab Asam.
11. Kepada keluarga Fisika ITS 2014, 2015, 2017, 2018, dan terutama Sirius 2016 yang telah menemani perjalanan penulis selama menjalani studi di Fisika FSAD ITS.
12. Rekan-rekan dari Futsal Fisika yang sudah bekerjasama penulis selama kegiatan futsal pada masa studi di Fisika FSAD ITS.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih terdapat kesalahan. Mohon kritik dan saran pembaca guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, 3 Agustus 2020

Penulis
ekacahyaramadhan5@gmail.com

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER PAGE	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
1.6 Sistematika Penulisan Laporan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Batu Kapur Alam	7
2.2 Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)	8
2.3 Morfologi Kalsium karbonat	11
2.4 Transformasi Fasa Metastabil Menuju Fasa Stabil	12
2.5 Faktor–Faktor yang Mempengaruhi Morfologi dan Fasa pada Sintesis Kalsium Karbonat	13
2.6 Metode Sintesis CaCO ₃	15

BAB III METODOLOGI	17
3.1 Peralatan dan Bahan	17
3.1.1 Peralatan	17
3.1.2 Bahan	18
3.2 Prosedur Kerja.....	18
3.2.1 Preparasi Bahan Dasar	18
3.2.2 Tahap Pembentukan CaO	19
3.2.3 Sintesis Larutan CaCl ₂	19
3.2.4 Pelarutan Na ₂ aCO ₃	20
3.2.5 Sintesis CaCO ₃	20
3.3 Karakterisasi CaCO ₃ Presipitat (PCC)	22
3.3.1 <i>X – Ray Diffraction</i> (XRD).....	22
3.3.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	24
3.4 Flowchart Penelitian.....	25
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Analisis Karakterisasi Batu Kapur Alam	27
4.2 Kalsinasi Batu kapur	28
4.3 Analisis Pengaruh Penambahan Alkohol (Etanol dan Etilin Glikol), Konsentrasi Larutan, dan Temperatur Dalam Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat (PCC).....	29
4.3.1 Analisis Pengaruh Penambahan Alkohol (Etanol/Etilin Glikol) Terhadap Pembentukan Fase Kristal Kalsium Karbonat Presipitat (PCC).....	31
4.3.2 Analisis Pengaruh Kosentrasi Reaktan Terhadap Pembentukan Fase Kristal Kalsium Karbonat Presipitat (PCC).....	35
4.3.3 Analisis Pengaruh Temperatur Terhadap Pembentukan Fase Kristal Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)	39
4.4 Pengamatan Morfologi Partikel Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)	42
BAB V KESIMPULAN	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	52

DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN	57
BIOGRAFI PENULIS	63

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kristal Kalsit <i>Rhombohedral</i>	9
Gambar 2.2	Struktur Kristal Aragonit <i>Orthorombic</i>	10
Gambar 2.3	Struktur Kristal Vaterit <i>Hexagonal</i>	10
Gambar 2.4	Hasil Pengamatan dengan SEM Morfologi Kalsium Karbonat Presipitat.....	12
Gambar 2.5	Hasil Fasa Vaterit dan Aragonit Sebagian Besar Kembali Menjadi Fasa Kalsit.....	13
Gambar 3.1	Seperangkat Peralatan XRD Departemen Teknik Material	23
Gambar 3.2	Seperangkat Peralatan SEM di Laboratorium Sentral universitas Negeri Malang	25
Gambar 3.3	Diagram Alir Penelitian	26
Gambar 4.1	Grafik Hubungan Prosentase Fase Kalsit terhadap Temperatur Pada Variasi Etanol.....	32
Gambar 4.2	Grafik Hubungan Prosentase Fase Aragonit terhadap Temperatur Pada Variasi Etanol.....	32
Gambar 4.3	Grafik Hubungan Prosentase Fase Kalsit terhadap Temperatur Pada Variasi Etilin Glikol.....	33
Gambar 4.4	Grafik Hubungan Prosentase Fase Aragonit terhadap Temperatur Pada Variasi Etanol.....	33
Gambar 4.5	Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Temperatur 75°C.....	36
Gambar 4.6	Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Temperatur 90°C.....	37
Gambar 4.7	Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Konsentrasi Reaktan 0,5 M.....	40
Gambar 4.8	Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Konsentrasi Reaktan 0,5 M.....	41
Gambar 4.9	Morfologi PCC Diamati dengan SEM pada Etanol Konsentrasi 0,25 M Temperatur 90°C.....	43
Gambar 4.10	Morfologi PCC Diamati dengan SEM pada Etanol Konsentrasi 0,5 M Temperatur 60°C.....	45

Gambar 4.11 Morfologi PCC diamati dengan SEM pada Etanol Konsentrasi 0,5 M Temperatur 60°C Perbesaran 7000X.....	45
Gambar 4.12 Morfologi PCC Diamati dengan SEM pada Etilin Glikol Konsentrasi 0,5 M Temperatur 75°C.....	47
Gambar 4.12 Morfologi PCC Diamati dengan SEM pada Etilin Glikol Konsentrasi 0,5 M Temperatur 90°C.....	49

DAFTAR TABEL

Gambar 3.1 Peralatan yang digunakan dalam Penelitian.....	17
Gambar 3.2 Bahan yang Digunakan dalam Penelitian	18
Gambar 3.3 Massa Bahan Baku.....	19
Gambar 4.1 Hasil Uji XRF Kandungan Batu Kapur	28
Gambar 4.2 Hasil Uji XRD dengan Analisis <i>Match!</i> Diperoleh Prosentase Fasa Kristal PCC dari Setiap Variasi	30

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Serbuk kalsium karbonat banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang contohnya industri, kesehatan, dan makanan. kalsium karbonat digunakan dalam bidang industri sebagai pembuatan kertas, plastik, mantel. Kalsium karbonat presipitat dengan kualitas unggul dapat dikembangkan dalam bidang kosmetik, dan suplemen nutrisi makanan. Penggunaan kalsium karbonat presipitat dalam berbagai bidang harus ditentukan berbagai parameter yaitu morfologi, ukuran, luas, permukaan dan lain-lainnya. Kalsium karbonat umum ditemukan dalam batu kapur mempunyai 3 fasa yaitu: kalsit, vaterit dan aragonit dengan struktur kristal berturut-turut rhombohedral, orthorombik, dan hexagonal. Fasa kalsit merupakan fasa yang paling stabil pada temperatur ruang maupun temperatur tinggi, sedangkan fasa vaterit dan aragonit merupakan fasa metastabil yang dapat bertransformasi ke dalam fasa stabil. Pembentukan setiap fasa dan morfologi kalsium karbonat presipitat (PCC) dipengaruhi beberapa faktor yaitu pH larutan suspensi, temperatur, supersaturasi, dan faktor lingkungan lainnya (Prah,2011). Faktor-faktor tersebut sangat berperan penting dalam keberhasilan pembentukan fasa dan morfologi dari kalsium karbonat presipitat.

Fasa aragonit merupakan fasa yang hanya dapat terbentuk pada temperatur tinggi diatas 60°C (Hu, 2009; Schmidt, 2010). Morfologi fasa aragonit berbentuk *needle-like* seperti jarum. Kalsium karbonat presipitat bermorfologi jarum memiliki nilai kualitas yang tinggi sehingga dalam bidang industri digunakan sebagai *filler* dan *pigmen coating* untuk kertas dengan kualitas premium. Fasa aragonit dapat meningkatkan kekuatan kertas dan

tidak tembus cahaya sehingga meningkatkan nilai ekonomis (Hu, dkk. 2014).

Beberapa penelitian sintesis kalsium karbonat sebelumnya, bahan utama yang digunakan material yang sudah jadi maupun dengan material yang mahal seperti tetrahidrat $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2]$, kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), kalsium klorida (CaCl_2). Metode dalam ranah penelitian biasanya menggunakan metode pencampuran larutan tanpa ditambahkan katalis. Oleh sebab itu dilakukan penelitian berbahan dasar batu kapur alam dengan metode pencampuran larutan ditambahkan katalis untuk mempercepat reaksi. Penelitian ini bertujuan agar dihasilkan fasa aragonit yang diperoleh maksimal.

Penelitian ini menggunakan metode pencampuran larutan (*Solution Route*). Kalsium karbonat presipitat dihasilkan dari hasil reaksi larutan Na_2CO_3 ke dalam larutan CaCl_2 dengan cara titrasi dalam penambahan pelarut etanol atau etilin glikol. Metode ini sangat terukur karena kelarutan yang tepat sehingga dihasilkan produk yang banyak, dan konsentrasi reaktan pada metode ini mudah dikontrol sehingga hasil produk akhir mudah dianalisis. Penelitian ini berfokus mengkaji tentang pengaruh jenis katalis etanol dan etilin glikol, konsentrasi larutan, dan pengaruh temperatur yang dilakukan pada pembentukan fasa dan morfologi fasa aragonit pada kalsium karbonat presipitat (PCC) yang di karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut

:

1. Bagaimana pengaruh Etanol dan Etilin Glikol yang digunakan pada sintesis kalsium karbonat presipitat.

2. Bagaimana pengaruh temperatur dan konsentrasi larutan yang digunakan pada sintesis kalsium karbonat presipitat.
3. Berapa prosentase fasa aragonit yang diperoleh dari masing-masing variasi pada sintesis kalsium karbonat presipitat.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh Etanol dan Etilin Glikol yang digunakan pada sintesis kalsium karbonat presipitat.
2. Mengetahui pengaruh temperatur dan konsentrasi larutan yang digunakan pada sintesis kalsium karbonat presipitat.
3. Memperoleh fasa aragonit yang dihasilkan dari masing-masing variasi pada sintesis kalsium karbonat presipitat.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Material yang digunakan batu kapur alam.
2. Sintesis kalsium karbonat presipitat menggunakan metode pencampuran larutan (*solution route*) dengan mencampurkan larutan Na_2CO_3 ke dalam larutan CaCl_2 .
3. Larutan CaCl_2 yang digunakan diperoleh dengan melarutkan CaO ke dalam HCl . CaO yang digunakan berasal dari hasil kalsinasi material batu kapur.
4. Semua variabel yang tidak divariasikan seperti pencucian, pH, dan kondisi lingkungan dianggap konstan.

1.5 Manfaat Penelitian

ini diharapkan dapat memberikan manfaat tentang informasi ilmu pengetahuan dan-proses sintesis kalsium karbonat, pengaruh konsentrasi larutan, jenis alkohol, dan temperatur pada sintesis kalsium karbonat menggunakan metode pencampuran larutan

(*Solution Route*). Penelitian ini diharapkan dapat memberi solusi pengolahan batu kapur alam dan dapat memberikan manfaat di bidang industri karet, kertas, dan cat.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada tugas akhir ini, tersusun dalam lima bab yaitu:

BAB I : Pendahuluan

Bab Pendahuluan berisi tentang Latar Belakang, Rumusan Masalah, Tujuan Penelitian, Batasan Masalah, Manfaat Penelitian dan Sistematika Penulisan.

BAB II : Tinjauan Pustaka

Bab Tinjauan Pustaka berisi tentang tinjauan pustaka digunakan pada penelitian sintesis kalsium karbonat antara lain batu kapur alam, sifat fisis kalsium karbonat presipitat, transformasi fase metastabil menuju fase stabil, faktor yang mempengaruhi pembentukan fase dan morfologi pada sintesis kalsium karbonat presipitat, dan metode sintesis pencampuran larutan (*Solution Route*).

BAB III : Metodologi Penelitian

Bab Metodologi berisi mengenai metode yang digunakan dalam penelitian yang dilakukan saat tugas akhir berlangsung yang meliputi Waktu dan Tempat Pelaksanaan Tugas Akhir, Peralatan dan bahan, dan Prosedur Kerja, diagram proses sintesis, serta karakterisasi yang digunakan.

BAB IV : Analisa Hasil

Bab Analisa Hasil berisi tentang analisa data dari hasil pengujian pengaruh jenis pelarut etanol dan etilin glikol, temperatur reaksi, dan konsentrasi larutan terhadap pembentukan morfologi dan fase pada kalsium karbonat presipitat.

BAB V

: Kesimpulan

Bab Kesimpulan berisi kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan dan saran untuk penelitian selanjutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Batu Kapur

Batu kapur adalah batuan sedimen non-klastik yang terbentuk dari proses kimia atau proses biologi. Batu kapur merupakan batu gamping atau *limestone*. Batu kapur memiliki kandungan utama yaitu mineral kalsium karbonat (CaCO_3) yang terjadi akibat proses kimia dan atau organik. Batu kapur mengandung mineral kalsium karbonat kalsit (dolomit) yang dominan tinggi sekitar 95% (Park,2008). Batu kapur merupakan polimorf sebuah mineral dengan rumus kimia sama tetapi memiliki struktur kristal yang berbeda (Macijewesky, 1993). Bahan alam ini memiliki kemurnian bervariasi bergantung dari lingkungan dan proses terbentuknya. Material tambahan, seperti silika, besi, magnesium, mangan, logam berat, hingga arsenik dan merkuri merupakan impuritas yang mempengaruhi kualitas CaCO_3 yang dihasilkan.

Batu kapur tersebar di seluruh kepulauan Indonesia. Cadangan batu kapur di Jawa Timur sebagian besar terdapat di bagian utara meliputi Kabupaten Tuban, Lamongan, Gresik dan Pulau Madura. Struktur geologi daerah tersebut tersusun dari batuan kars berstruktur kalsit. Kandungan kalsium (Ca) pada batu kapur di daerah Kabupaten Tuban, hampir mencapai 98% (Lailiyah,2011). Batu kapur yang memiliki spesifikasi kemurnian yang tinggi dapat dimanfaatkan berbagai aplikasi dengan nilai ekonomis yang tinggi.

Batu kapur secara umum mempunyai warna kuning, abu-abu kuning tua, abu-abu kebiruan, jingga dan hitam. Namun, batu kapur dengan kemurnian tinggi memiliki warna putih dan terang. Keadaan murni batu kapur mempunyai bentuk kristal kalsit yang terdiri dari CaCO_3 dan memiliki berat jenis 2,6 – 2,8 gr/cm (Oates, 1998).

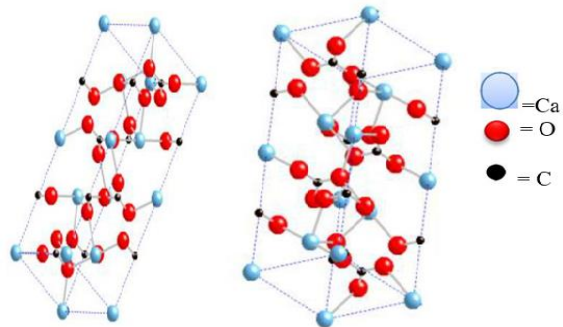
Berdasarkan hasil kajian DTA-TGA (Arifin, 2016), kalsium karbonat (CaCO_3) membutuhkan temperatur minimal sekitar 825°C untuk melepaskan CO_2 . Temperatur yang dibutuhkan lebih tinggi karena bahan mentah biasa dipanaskan dalam bentuk bongkahan dan dalam kuantitas yang banyak. Pada industri PCC, dekomposisi batu kapur biasanya dilakukan pada temperatur di atas 1000°C . Karakterisasi Batu kapur di lingkungan Kabupaten Tuban memberikan informasi tentang kemurnian dan komposisi kimia dari bahan alam ini. Komposisi utama sampel batu kapur di daerah Tuban diketahui berupa dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), ankerit ($\text{Ca}(\text{Fe},\text{Mg})(\text{CO}_3)_4$), dan kalsit (CaCO_3), dengan unsur impuritas seperti Mg, Si, Yb, Cu, dan sebagainya. Fraksi maksimum kalsium dalam batu kapur ini mencapai 99% (Arifin, 2010).

2.2 Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) adalah hasil dari proses sintesis (presipitasi) dengan kemurnian yang tinggi. PCC mempunyai tiga jenis fasa kristal yaitu kalsit, vaterit, dan aragonit. Macam-macam bentuk kristal PCC ini dipengaruhi oleh temperatur, PH larutan, derajat saturasi, serta adanya bahan aditif. Setiap fasa membutuhkan kondisi lingkungan dan temperatur yang berbeda. Pada rentang temperatur 10°C hingga 40°C , fasa yang terbentuk berupa kalsit dan vaterit. Pada rentang temperatur 60°C - 90°C dihasilkan aragonit dan kalsit. Sementara ketiga fasa kristal muncul di antara kedua rentang ini (Waltham, 2002). Fasa kalsit mempunyai struktur kristal rhombohedral dengan morfologi *rhombic* (kotak miring), Fasa vaterit mempunyai struktur kristal hexagonal dengan morfologi *spherical* berpori, sedangkan fasa aragonit mempunyai struktur kristal orthorombic dengan morfologi *needle-like* (Gunawan dkk, 2005). Setiap morfologi mempunyai sifat yang berbeda. Kalsit merupakan fasa yang stabil pada temperatur ruang, umumnya terbentuk pada setiap perlakuan sintesis. sedangkan vaterit dan aragonit merupakan fasa

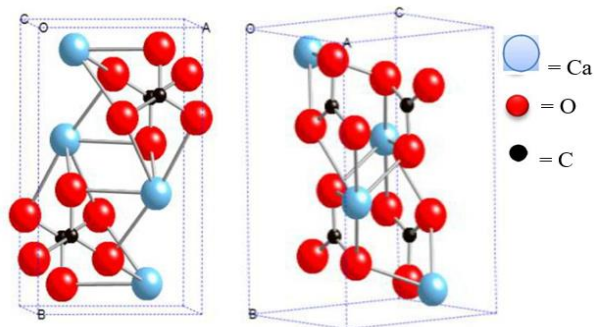
metastabil yang membutuhkan perlakuan tertentu dan sifatnya cenderung metastabil (Han dkk, 2006).

Kalsit mempunyai struktur kristal rhombohedral dengan struktur kristal trigonal, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1.



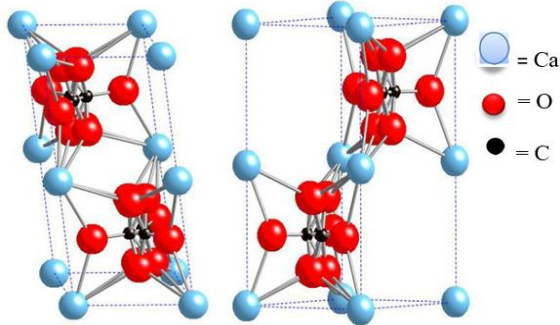
Gambar 2.1 Struktur Kristal Kalsit *Rhombohedral*, dengan Parameter Kisi $a = 4,991\text{\AA}$, $b = 4,991\text{\AA}$, $c = 17,064\text{\AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$ (*CrystalMaker Software, Ltd*).

Aragonit merupakan fasa metastabil dari kalsium karbonat presipitat. Aragonit memiliki struktur kristal orthorombik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur Kristal Aragonit *Orthorombic*, dengan Parameter Kisi $a=4.9617 \text{ \AA}$, $b=7.9692 \text{ \AA}$, $c=5.7427 \text{ \AA}$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ (*CrystalMaker Software, Ltd*).

Selain kalsit dan aragonit, CaCO_3 juga memiliki fasa vaterit yang mempunyai struktur kristal *hexagonal* (Gambar 2.3).



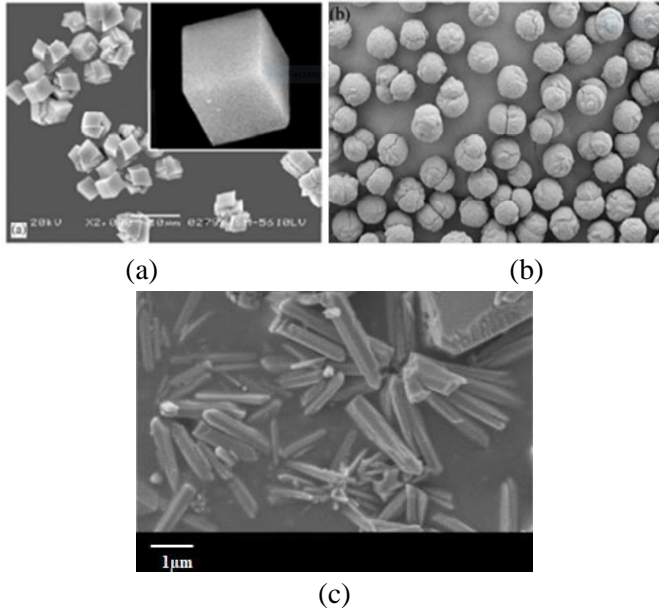
Gambar 2.3 Struktur Kristal Vaterit *Hexagonal*, dengan Parameter Kisi $a=b=7.2900 \text{ \AA}$, $c=25.3020$, $\alpha=\beta=90^\circ$, $\gamma=120^\circ$ (*CrystalMaker Software, Ltd*).

Fasa CaCO_3 terdapat perbedaan dari ketiga fasa pada formasi struktur kalsit, vaterit, dan aragonit secara berturut-turut adalah CaO_6 , CaO_8 , dan CaO_9 . Berdasarkan Gambar 2.3 terlihat bahwa pada struktur aragonit mempunyai atom O paling banyak yang mengelilingi setiap atom Ca dibandingkan struktur fasa yang lain. Pembentukan kristal aragonit dilakukan pada temperatur tinggi, karena ion karbonat akan mempunyai tambahan energi termal dari larutan sehingga mengalami vibrasi lebih kuat. Radius relatif dari atom ini menjadi lebih besar sehingga dapat bersinggungan dengan lebih banyak atom oksigen (Macijewesky, 1994).

2.3 Morfologi Kalsium Karbonat

Ketiga fasa kalsium karbonat presipitat memiliki morfologi yang berbeda-beda. Kalsit memiliki morfologi berbentuk *rhombic* (kubus), vaterit memiliki morfologi berbentuk *spherical* (bola), sedangkan aragonit memiliki bentuk morfologi menyerupai jarum

(*needle-like*). Morfologi dari kalsium karbonat presipitat dapat teramati dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) seperti terlihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Hasil pengamatan dengan SEM morfologi kalsium karbonat presipitat (a) fasa kalsit bentuk *rhombohedral* (Guo dkk, 2006); (b) fasa vaterit bentuk *spherichal* (Beck&Andreassen, 2010) (c) fasa aragonit bentuk *needle-like* (Irma dkk, 2018).

2.4 Transformasi Fasa Metastabil Menuju Fasa Stabil

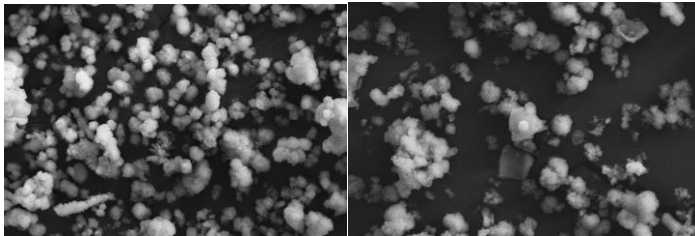
Transformasi fasa metastabil menuju fasa stabil pada CaCO_3 dapat terjadi secara spontan di dalam reaksi pelarut air. Reaksi larutan dari ion Ca^{2+} dan CO_3^{2-} menghasilkan *Amorf Calcium Carbonate* (ACC) secara cepat saat kondisi jenuh pada temperatur ruang. ACC akan mengalami perubahan fasa kalsium karbonat dalam beberapa menit. fasa vaterit dan kalsit terbentuk pada temperatur mendekati kondisi ruang yaitu 14°C - 30°C ,

aragonit dan kalsit terbentuk pada temperatur tinggi yaitu 60°C - 80°C . Pada temperatur menengah yaitu antara 40°C - 50°C terbentuk ketiga fasa tersebut (Ogino, 1987). Molekul-molekul kalsium karbonat fase amorf segera tersusun membentuk sel kristal saat nukleasi, selanjutnya partikel-partikel halus ini teragregasi dan membesar (growing) hingga mencapai ukuran stabil. Kestabilan ukuran partikel bergantung dari beberapa factor, seperti: temperatur, tekanan, dan kondisi supersaturasi (Peric, 1996; Jackson, 2004).

Fasa metastabil secara bertahap berubah menjadi bentuk yang stabil yaitu kalsit. Ketika pada temperatur 25°C - 30°C dibutuhkan waktu 200 menit hingga 370 menit untuk transformasi dari vaterit ke kalsit. Aragonit membutuhkan durasi waktu sekitar 1000 - 1300 menit untuk bertransformasi menjadi kalsit sepenuhnya. Pada temperatur 50°C , Sebagian besar vaterit bertransformasi menjadi aragonit dengan durasi waktu sekitar 60 menit, kemudian dari aragonit bertransformasi menjadi kalsit dalam 900 menit. Hal ini menunjukkan bahwa fasa aragonit mempunyai kestabilan yang lebih baik dibandingkan dengan vaterit. Durasi waktu yang diperlukan vaterit dan aragonit bergantung pada temperatur larutan (Ogino, 1987).

Penelitian (Sand dkk,2012) menyatakan bahwa alkohol dapat mestabilkan polimorf vaterit dalam campuran air-alkohol. Alkohol berpengaruh pada morfologi vaterit dan aragonit. Campuran pelarut alkohol menghasilkan endapan fasa aragonit. Penelitian tentang efek alkohol pada pembentukan CaCO_3 sulit untuk dibandingkan. Perubahan polimorf bergantung pada waktu yang di butuhkan, metode presipitasi, dan sumber kalsium. Alkohol dicampurkan dalam larutan sebagai bahan adiktif atau katalis (Sand dkk,2012).

Penelitian (Sulastri,2019) mereaksikan larutan CaCl_2 dan larutan Na_2CO_3 dalam campuran pelarut etanol selama berkisar 30 menit hingga 60 menit. Perlakuan sintesis PCC tersebut berdampak dalam pembentukan fasa aragonit dan fasa vaterit. Hasil fasa aragonit dan vaterit rentan bertransformasi menuju fasa kalsit. Gambar 2.5 menunjukkan hasil transformasi fasa kalsit dalam rentang waktu tertentu.



Gambar 2.5 Hasil fasa vaterit dan aragonit sebagian besar kembali menjadi fasa kalsit. (Sulastri, 2019).

2.5 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Morfologi dan Fasa Pada Sintesis Kalsium Karbonat

Fasa dan morfologi kalsium karbonat (CaCO_3) dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya konsentrasi reaktan, temperatur (Kirboga dan Oner, 2013), pH larutan (Tai san Chen, 1998; Kralj dkk, 1990), dan supersaturasi larutan (Fairchild dan Thatcher, 2000).

Temperatur berperan besar dalam pembentukan fasa dan morfologi kalsium karbonat presipitat. Faktor utama dipengaruhi oleh adanya getaran termal. Temperatur tinggi mengakibatkan munculnya Kristal aragonit, dimana energi termal yang di miliki ion karbonat dapat mendukung getaran lebih kuat. Radius relatif dari atom ini menjadi lebih besar sehingga dapat bersinggungan lebih banyak atom oksigen (Macijewesky, 1994).

Peningkatan konsentrasi reaktan meningkatkan fasa vaterit yang terbentuk. Partikel vaterit berbentuk *rhombic* dan *spherical* (bola). Partikel bola yang terbentuk memiliki diameter 1 – 2 μm pada konsentrasi 0.001M, sedangkan partikel *rhombic* terbentuk saat konsentrasi reaktan meningkat menjadi 0.3M. Perubahan morfologi PCC dipengaruhi dengan konsentrasi reaktan, hal ini dapat dikaitkan dengan perubahan rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$, ketika konsentrasi reaktan meningkat maka rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$ akan meningkat pula karena adanya adsorpsi dari $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$ pada permukaan kalsit. Hal ini mempengaruhi pertumbuhan fasa vaterit (Hadiko, 2006).

pH larutan juga merupakan faktor yang penting dalam pembentukan fasa dan morfologi pada kalsium karbonat presipitat, tetapi temperatur dan konsentrasi reaktan yang berpengaruh besar. Berbagai literatur hanya menjelaskan pengaruh pH larutan terhadap transformasi vaterit menjadi kalsit, sedangkan pembentukan fasa aragonit tidak dibahas lebih jauh, karena kecil kemungkinan dipengaruhi oleh pH. Peneliti-peneliti menjelaskan pH berpengaruh pada rentang pH tertentu berikut, Kralj dan Brecevic (1990) juga meneliti tentang pengaruh pH, bahwa vaterit murni dihasilkan pada pH antara 9,3 – 9,9. Sedangkan oleh Han (2006), pada penelitiannya disimpulkan bahwa vaterit murni terjadi pada pH 7,9 dan Wanatabe (2009) mendapatkan vaterit murni pada pH awal larutan 9,4. Sementara belum ada referensi yang menyebutkan pH berpengaruh pada pembentukan fasa aragonit.

Supersaturasi merupakan faktor yang berpengaruh dalam pembentukan fasa dan morfologi CaCO_3 . Parameter yang selalu dibahas dalam berbagai penelitian adalah jumlah dan perbandingan konsentrasi ion-ion reaktan, yaitu Ca^{2+} dan CO_3^{2-}

(Han, 2006; Montez, 2007; Kedra, 2009). Perbandingan kedua ion ini dinyatakan sebagai supersaturasi:

$$S \approx \sqrt{\frac{[Ca^{2+}][CO_3^{2-}]}{K_{sp}}} \quad (2.1)$$

dimana S dan K_{sp} adalah supersaturasi dan konstanta kelarutan produk. Berdasarkan konstanta kelarutannya, fase kalsit memiliki sifat termodinamika yang paling stabil yaitu $\log K_{sp_{calcite}} = -8,47$, disusul aragonit dengan $\log K_{sp_{aragonite}} = -8,36$, sedangkan vaterit merupakan fase kristal paling tidak stabil $\log K_{sp_{vaterite}} = -7,91$ (Wang, 2010).

Parameter-parameter yang berpengaruh penting disesuaikan selama proses pencampuran larutan. Semua aspek pada tahap ini perlu diperhatikan untuk dapat menghubungkan sifat-sifat produk dengan reaksi kimia-fisika.

2.6 Metode Sintesis $CaCO_3$

Metode sintesis kalsium karbonat presipitat untuk skala laboratorium yaitu *solution route* (pencampuran larutan) dan *carbonation route (bubbling CO_2)*. Metode sintesis PCC untuk skala industri ada banyak, sedangkan untuk skala laboratorium sering menggunakan metode pencampuran larutan. Metode pencampuran larutan merupakan sintesis $CaCO_3$ dengan mereaksikan larutan $CaCl_2$ dan larutan Na_2CO_3 . Metode biasanya digunakan pada sintesis $CaCO_3$ untuk aplikasi farmasi karena parameter *raw-material* (seperti kemurnian) terukur dengan pasti. Selain itu, batas kelarutannya yang tinggi memberikan kuantitas produk yang banyak. Konsentrasi dan perbandingan ion-ion reaktan pada metode ini mudah dikontrol, sehingga hubungan produk akhir dan kondisi reaksi mudah dianalisis. Metode

pencampuran lebih dipilih dalam studi transformasi maupun rekayasa morfologi CaCO_3 karena dipertimbangkan lebih akurat.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdapat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Peralatan yang Digunakan dalam Penelitian

No.	Nama Alat	Jumlah	Fungsi
1.	Gelas Beker	3 Unit	Wadah mereaksikan
2.	Gelas Ukur	2 Unit	Mngukur volume larutan
3.	Timbangan Digital	1 Unit	Menimbang massa zat
4.	Pipet Tetes	1 Unit	Memindahkan beberapa larutan
5.	Mortar	1 Unit	Menghaluskan batu kapur
6.	Ayakan	1 Unit	Menyarig batu kapur
7.	Kertas saring	1 Unit	Menyarin endapan
8.	Batang pengaduk	1 Unit	Mengaduk larutan
9.	Gergaji	1 Unit	Memotong bongkahan batu kapur
10.	Hot Plate Magnetic Stirrer	1 Buah	Mengaduk larutan dengan temperatur tertentu
11.	Furnace	1 Buah	Pemanas batu kapur
13..	Tisu	3 Gulung	Menghilangkan cairan pada pelatan setelah dibersihkan
14.	pH Universal	1 Kotak	Mengukur tingkat keasaman larutan
15.	<i>X – Ray Diffraction</i>	1 Set	Menganalisa fasa yang

	(XRD)		terbentuk
16.	Scanning Electron Microscopy (SEM)	1 Set	Menganalisa morfologi partikel

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdapat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Bahan yang Digunakan dalam Penelitian

No.	Nama Bahan	Jumlah	Fungsi
1.	Batu Kapur	50gr	Bahan baku penelitian
2.	Larutan Asam Klorida (HCl)	500 mL	Sebagai pelarut CaO
3.	Serbuk Natrium Karbonat (Na_2CO_3)	200 gr	Bahan baku penelitian
4.	Aquadest	20 L	Sebagai pelarut CaO
5.	Etanol	10 L	Sebagai pelarut Na_2CO_3 dan sterilisasi alat
6.	Etilin Gikol	1 L	Sebagai pelarut Na_2CO_3

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Preparasi Bahan Dasar

Penelitian sintesis CaCO_3 ini menggunakan metode pencampuran larutan. Serbuk CaO 2,8 gram digunakan setiap variasi. Etanol atau Etilin Glikol yang dicampurkan kedalam reaksi sebanyak 100 mL setiap variasi. Molaritas larutan HCL yang dicampurkan yaitu 1M; dan 0,5M. Larutan HCl konsentrasi 10M (37%) diecerkan dalam 100 mL aquades sesuai dengan variasi molaritas. Pengeceran digunakan perhitungan perbandingan volume HCl. Larutan Na_2CO_3 dicampurkan pada etanol atau etilin glikol 100 mL dengan variasi konsentrasi molaritas yaitu 0,5M; dan 0,25M. Massa serbuk Na_2CO_3

ditentukan dengan perhitungan stokiometri seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.3 berikut.

Tabel 3.3 Massa Bahan Baku

Variasi		Bahan Baku	
HCl (M)	Na ₂ CO ₃ (M)	HCl (mL)	Na ₂ CO ₃ (gram)
1	0,5	10	5,3
0,5	0,25	5	2,65

Preparasi sampel melalui perhitungan stoikiometri, Maka didapatkan besar masing-masing bahan baku.

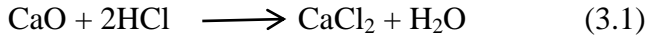
3.2.2 Tahap Pembentukan CaO

Batu kapur dikalsinasi pada rentang waktu tertentu untuk memperoleh CaO dengan langkah-langkah sebagai berikut pertama batu kapur dipotong dengan ukuran lebar 5 cm, tinggi 2 cm, dan panjang 8 cm. Selanjutnya Batu kapur dikalsinasi menggunakan *furnace* (Nobetherm, Lab. Fisika Zat Padat) pada temperatur 900⁰C dengan waktu proses 5 jam, dan diperlukan waktu 2 jam 50 menit untuk menaikkan temperatur dari temperatur ruang hingga mencapai temperatur 900⁰C. Batu kapur yang telah melalui proses kalsinasi menghasilkan serbuk CaO.

3.2.3 Sintesis Larutan CaCl₂

Langkah-langkah dalam sintesis CaCl₂ dilakukan sebagai berikut pertama CaO digerus dan diayak hingga diperoleh serbuk CaO yang halus. HCl (10 molar, 37%) sebanyak 10 ml diencerkan dalam aquades sebanyak 90 ml hingga diperoleh volume 100 ml. Serbuk CaO dengan massa 2,8 gram dilarutkan dalam HCl 1M. Berdasarkan perhitungan stoikiometri dihasilkan larutan CaCl₂ 0,5M. Larutan CaCl₂ yang terbentuk yaitu 0,05 mol (0,5 molar) dengan perhitungan stoikiometri. Larutan CaCl₂ yang dihasilkan

mempunyai variasi molaritas (0,25M dan 0,5M). Reaksi yang terjadi pada sintesis ini yaitu :



3.2.4 Pelarutan Na_2CO_3

Langkah – langkah pelarutan serbuk Na_2CO_3 dilarutkan ke dalam 100 ml etanol atau etilin glikol yaitu pertama ditentukan konsentrasi molaritas larutan Na_2CO_3 sama dengan molaritas larutan CaCl_2 karena cara titrasi konsentrasi kedua larutan asam-basa ditentukan sama. Serbuk Na_2CO_3 ditimbang sebanyak 5,3 gram. Setelah itu serbuk Na_2CO_3 dilarutkan dalam etanol atau etilin glikol sebanyak 100 ml. Berdasarkan perhitungan stoikiometri dihasilkan larutan Na_2CO_3 0,5M. Langkah-langkah yang sama dibuat larutan Na_2CO_3 berbagai variasi molaritas (0,25M dan 0,5M)

3.2.5 Sintesis CaCO_3

Sintesis CaCO_3 presipitat dilakukan dengan metode pencampuran larutan yaitu mereaksikan larutan CaCl_2 dengan larutan Na_2CO_3 dengan cara titrasi, Langkah-langkah yang di lakukan sebagai berikut :

1. Larutan CaCl_2 0,5 M disiapkan sebanyak 100 ml dengan pelarut aquadest.
2. Larutan Na_2CO_3 0,5 M disiapkan sebanyak 100 ml dengan pelarut alkohol (etanol/etilin glikol).
3. Larutan Na_2CO_3 ditambahkan ke dalam larutan CaCl_2 dengan perbandingan pelarut alkohol dengan pelarut aquades 1:1.
4. Larutan diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer dengan kecepatan konstan pada temperatur 90°C selama kurang lebih 45 menit.
5. Larutan disaring dengan menggunakan kertas saring sehingga terbentuk endapan.

6. Setelah disaring endapan dicuci dengan etanol sampai pH netral.
7. Diperoleh endapan kemudian dikeringkan di udara selama kurang lebih 24 jam untuk menghasilkan serbuk.
8. Serbuk CaCO_3 dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dengan range 2θ dari 5° sampai 60° , SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Langkah-langkah sintesis CaCO_3 presipitat diulangi dengan variasi jenis pelarut, konsentrasi larutan, dan temperatur yang berbeda. Jenis pelarut yang digunakan yaitu etanol dan etilin glikol, Konsentrasi larutan yang digunakan adalah 0,25M; 0,5M dan dilakukan pada temperatur 60°C , 75°C , dan 90°C .

Sintesis kalsium karbonat presipitat (PCC) ini menggunakan metode pencampuran larutan (*solution route*). Pencampuran larutan yang digunakan yaitu larutan kalsium klorida (CaCl_2) dan larutan natrium karbonat (Na_2CO_3) dengan cara titrasi sehingga perbandingan volume dan konsentrasi yang sama. Larutan yang digunakan masing – masing memiliki variasi konsentrasi sebesar 0.25M dan 0.5M. Tahap pencampuran larutan yang pertama serbuk Na_2CO_3 dilarutkan kedalam etanol atau etilin glikol 100 ml. Larutan HCl diencerkan kedalam 100 ml aquades, Setelah itu CaO sebanyak 2,8 gram dicampurkan kedalam larutan HCl yang sudah diencerkan dengan diberi variasi temperatur 60°C , 75°C , dan 90°C akan terbentuk larutan CaCl_2 . Kedua larutan CaCl_2 dan larutan Na_2CO_3 dicampurkan dan diaduk dengan kecepatan tetap 400 rpm selama 45 menit dan tetap diberi variasi temperatur. Reaksi yang terjadi pada proses pencampuran larutan tersebut sebagai berikut.



3.3 Karakterisasi CaCO_3 Presipitat (PCC)

3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Penelitian ini dikarakterisasi dengan uji XRD yang dilakukan di Laboratorium Difraksi Sinar-X Departemen Teknik Material ITS dengan spesifikasi pengambilan data difraksi sebagai berikut yang tercantum.

Tipe peralatan	: Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer) system.
Sumber radiasi	: Anode- Cu, type PW3373/00 Cu LFF yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA, panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ terbobot adalah 1,5418 Å.
Sistem optik	: Bragg-Brentano
Sampel	: Tidak dirotasikan
Scanning date	: <i>Drive axis</i> = theta-2 theta <i>Step size</i> = 0,04° <i>Scan range</i> = 00,000 – 60,000 <i>Scan mode</i> = continous scan <i>Scan speed</i> = 5.000 (deg/min) <i>Preset time</i> = 0,24 (sec)



Gambar 3.1 Perangkat peralatan XRD Departemen Teknik Material.

X-Ray Diffraction (XRD) adalah metode analisis karakterisasi material kristalin, Metode karakterisasi ini digunakan untuk mengetahui ciri-ciri kristal, seperti parameter kisi Kristal dan tipe struktur. XRD juga dimanfaatkan untuk mengetahui susunan berbagai jenis atom dalam Kristal, adanya cacat, orientasi, dan cacat Kristal. Teori XRD ini berdasarkan pada Hukum Bragg di nyatakan persamaan berikut.

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \quad (3.3)$$

Bahwa d_{hkl} adalah jarak antar bidang kristal pada kisi kristal, θ adalah sudut antara sinar-X yang datang dengan bidang kisi, dan n adalah orde puncak difraksi.

Pengujian XRD dalam penelitian ini untuk mengetahui karakteristik material secara kuantitatif analisis data keluaran hasil XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Match! Pada analisis kualitatif sering disebut dengan proses identifikasi fasa, melalui pencocokan puncak – puncak difraksi dengan kartu PDF (*Powder Diffraction File*). Analisis puncak difraksi menggunakan perangkat lunak Match!, ada 3 karakter informasi yaitu posisi, tinggi, dan lebar dan bentuk puncak, Dari

ketiganya memberikan gambaran mengenai kondisi pengukuran dan sifat – sifat kristal. Posisi puncak diidentifikasi sebagai fasa kristal, struktur kristal dan parameter kisi. Berdasarkan tinggi puncak diidentifikasi sebagai komposisi. Berdasarkan lebar dan bentuk puncak diidentifikasi sebagai ukuran kristal, distribusi ukuran kristal, dislokasi dan cacat kristal. Semakin lebar puncak difraksi sinar – X maka semakin kecil ukuran kristal. Adapun langkah – langkah dalam mengidentifikasi secara kualitatif dengan menggunakan software, terdiri dari : *Peak search* (menemukan posisi puncak) dan *Search match* (pencocokan terhadap basis data)

Sedangkan pada analisis kuantitatif digunakan untuk mengetahui komposisi fasa pada material. Analisis komposisi fasa secara kuantitatif menggunakan perangkat lunak Match!

3.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi hasil sintesis PCC dilakukan uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi partikel PCC yang terdapat di Laboratorium Sentral Universitas Malang dan Laboratorium Universitas Brawijaya Malang. Karakterisasi ini hanya dilakukan pada sampel yang dianggap perlu.

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) adalah jenis mikroskop elektron yang memanfaatkan berkas elektron untuk mencitrakan morfologi permukaan sampel uji. Prinsip kerja SEM yaitu menembakan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan sampel uji. Permukaan material yang ditembakkan berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah, tetapi ada satu arah dimana berkas akan dipantulkan dengan intensitas paling tinggi.



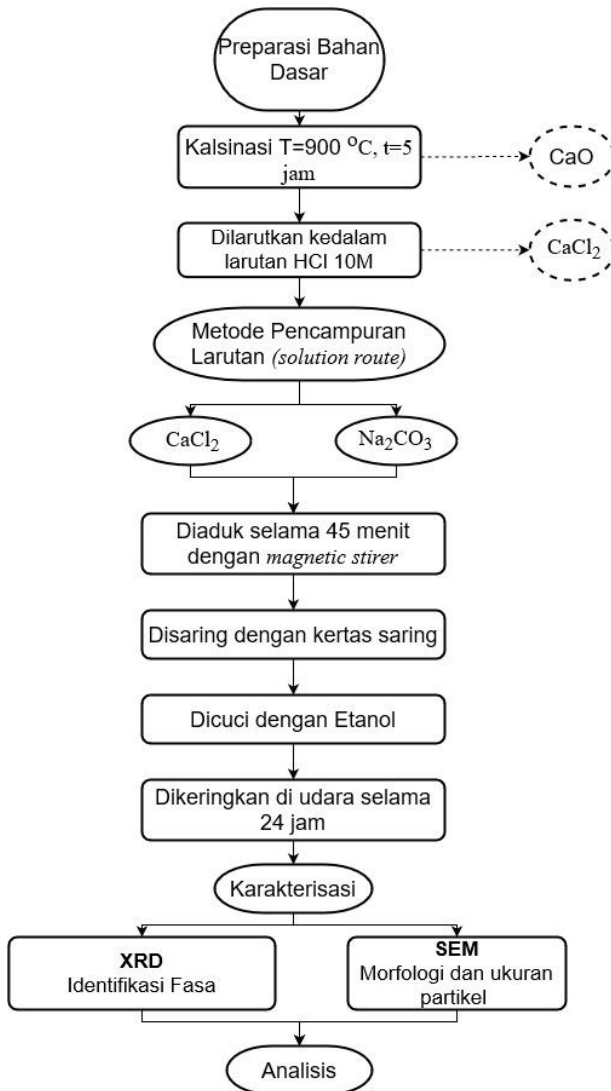
Gambar 3.2 Seperangkat peralatan SEM di Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang

Seperangkat SEM ditunjukkan pada Gambar 3.2. Detektor di dalam SEM akan mendeteksi elektron yang dipantulkan dan ditentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas paling tinggi. Arah pantulan akan menunjukkan informasi profil permukaan material.

Energi kinetik dari percepatan elektron pada SEM yang dihamburkan menghasilkan variasi sinyal akibat interaksi elektron dan sampel. Sinyal-sinyal tersebut dihasilkan oleh *Secondary Electrons (SE)*, *Backscattered Electrons (BE)*, difraksi *backscattered electrons*, foton, cahaya tampak, dan panas. SE dan BE digunakan untuk *imaging* sampel. SE digunakan untuk menunjukkan morfologi dan topografi pada sampel, sedangkan BE mengeksplor untuk mengilustrasikan kontras cahaya pada komposisi sampel multifase. Karakterisasi PCC ini, berkas *secondary electron (SE)* dimanfaatkan untuk menggambarkan morfologi.

3.4 Flowchart Penelitian

Skema rancangan penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.3 sebagai berikut.



Gambar 3.3 Diagram Alir Penelitian

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian sintesis kalsium karbonat presipitat ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh etanol dan etilin glikol, maupun untuk mengetahui pengaruh temperatur dan konsentrasi reaktan di tinjau dari perubahan fasa dan morfologi kalsium karbonat presipitat. Berdasarkan Sand et. al (2012) bahan adiktif alkohol (etanol) dicampurkan dalam larutan reaksi pada temperatur ruang 25°C terbentuk fasa aragonit dengan prosentase 100%. Sedangkan Macijewesky (1994) menyatakan fasa aragonit terbentuk pada temperatur tinggi. Kedua penelitian sama-sama menjelaskan terbentuknya fasa aragonit tetapi ada perbedaan perlakuan temperatur. Oleh sebab itu, pada penelitian sintesis kalsium karbonat ini ditambahkan etanol dan/atau etilin glikol ke dalam larutan CaCl₂ dengan variasi temperatur tinggi dan variasi konsentrasi 0,25M dan 0,5M. Hal ini dilakukan untuk mengetahui sampai sejauh mana prosentase fasa yang terbentuk dari kalsium karbonat presipitat yang dihasilkan.

4.1 Analisis Karakterisasi Batu Kapur Alam

Batu kapur yang digunakan sebagai bahan dasar penelitian berasal dari area penambangan rakyat di desa Tuwiri Wetan. Kecamatan Merakurak. Hasil pengujian batu kapur dengan XRF ditunjukkan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil Uji *X-Ray Fluorescence* (XRF) Kandungan Batu Kapur

No	Lokasi Penambangan	Kandungan Kimia (%wt)				
		Ca	Fe	Co	Er	S
1	Desa Tuwiri Wetan, Kec. Merakurak	99,4	0,34	0,068	0,24	0,04

Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa batu kapur dari desa Tuwiri wetan mempunyai kualitas yang baik dengan konsentrasi Ca sebesar 99,4%, namun masih terdapat beberapa unsur pengotor lainnya yang relatif kecil. Batu kapur yang memiliki kandungan Ca yang tinggi dapat dimanfaatkan untuk beberapa industri, seperti industri plastik, cat, karet, farmasi dll. Oleh karena itu perlu dilanjutkan penelitian lebih dalam terkait batu kapur alam.

4.2 Kalsinasi Batu Kapur

Batu kapur alam yang di gunakan dalam penelitian ini berbentuk padatan. Batu kapur harus dikalsinasi untuk melepaskan gas CO₂ dan menghasilkan CaO. Berdasarkan pada penelitian sebelumnya proses kalsinasi batu kapur di potong dengan ukuran lebar 5 cm, tinggi 2 cm dan panjang 8 cm agar dihasilkan proses kalsinasi yang optimum. Batu kapur tidak dikalsinasi dalam bentuk serbuk karena sifat produk CaO yang dihasilkan reaktif terhadap kelembaban udara. Reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi dinyatakan dengan reaksi sebagai berikut



Berdasarkan hasil pengujian DTA/TGA Zaenal Arifin (2015) kalsinasi dapat dilakukan pada temperatur 825⁰C – 900⁰C. Pada penelitian ini kalsinasi dilakukan pada temperatur 900⁰C dengan *holding time* selama 5 jam. Selama proses kalsinasi, dibutuhkan waktu 3 jam untuk menaikkan temperatur hingga 900⁰C dari temperatur ruang.

4.3 Pengaruh Penambahan Etanol dan/atau Etilin Glikol Konsentrasi Larutan, dan Temperatur Dalam Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)

Sintesis kalsium karbonat presipitat dalam penelitian ini di variasikan dengan penambahan variasi etanol dan/atau etilin glikol, konsentrasi reaktan, dan temperatur saat proses pencampuran larutan. Variasi yang dilakukan dengan mempertimbangkan pengaruh yang ada dalam penelitian sebelumnya. Ketiga variasi dapat dihasilkan perubahan fasa dan morfologi yang berkorelasi. Penambahan etanol dan/atau etilin glikol dalam pencampuran larutan dapat mempercepat dalam reaksi pencampuran, hal ini disebabkan karena etanol atau etilin glikol bersifat sebagai katalis. Penambahan etanol dan/atau etilin glikol ke dalam aquades sebanyak 100 ml. Perbandingan volume antara alkohol dengan aquades 1:1 dalam 200 ml. Variasi Konsentrasi reaktan di kontrol dari konsentrasi larutan CaCl_2 yang di hasilkan dari reaksi CaO dengan HCl dan larutan Na_2CO_3 dalam pelarut etanol atau etilin glikol. Pencampuran larutan CaCl_2 dengan larutan Na_2CO_3 pada konsentrasi dan volume yang sama. Variasi konsentrasi reaktan yang di terapkan 0,25 M dan 0,5 M. Sedangkan variasi temperatur di kontrol pada temperatur tinggi yaitu 60°C , 75°C , dan 90°C . Temperatur tinggi berfokus untuk menghasilkan fasa aragonit yang tinggi. Penelitian ini di fokuskan pada pembentukan fasa aragonit. Secara termodinamik fasa aragonit sendiri merupakan fasa yang tidak stabil pada suhu dan tekanan standar, karena aragonit termasuk fasa metastabil yang relatif mudah berubah menjadi kalsit.

Hasil uji XRD diperoleh pola difraksi masing-masing variasi konsentrasi larutan etanol dan/atau etilin glikol. Identifikasi fase dari hasil pengujian XRD dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Match!* dan diberikan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Uji XRD dengan Analisis *Match!*.

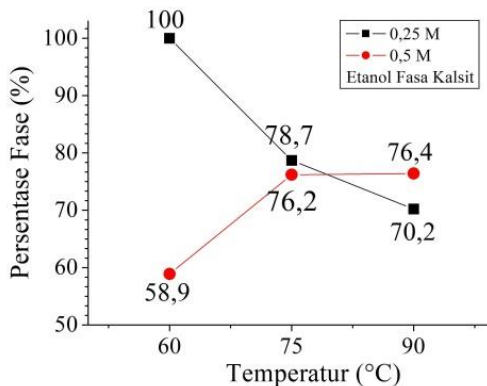
No	Jenis Pelarut	Konsentrasi (M)	Temperatur (°C)	Prosentase Fase (%)	
				Kalsit	Aragonit
1	Etanol	0.25	60	100	0
2		0.25	75	78,7	21,3
3		0.25	90	70,2	29,8
4		0.5	60	58,9	41,1
5		0.5	75	76,2	23,8
6		0.5	90	76,4	23,6
7	Etilin Glikol	0.25	60	100	0
8		0.25	75	66,7	33,3
9		0.25	90	62,7	37,3
10		0.5	60	65,1	34,9
11		0.5	75	16,5	83,5
12		0.5	90	15,4	84,6

Berdasarkan Tabel 4.2 pada konsentrasi etanol tinggi (0,5M) fasa aragonit yang dihasilkan prosentasenya semakin berkurang seiring dengan naiknya temperatur. Sebaliknya pada konsentrasi etanol rendah (0,25M) semakin tinggi temperatur reaksi semakin tinggi prosentase fasa aragonit yang dihasilkan.

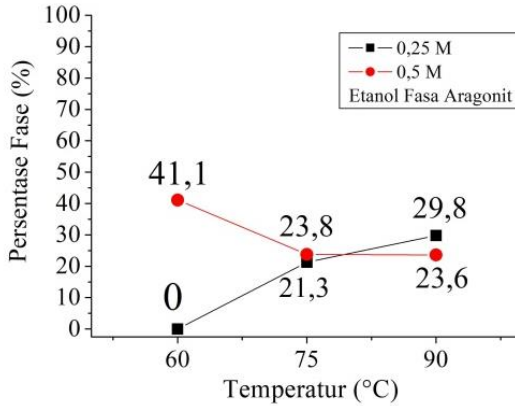
Penambahan zat aditif etilin glikol pada konsentrasi tinggi (0,5M) justru prosentase aragonit yang dihasilkan meningkat sangat besar mencapai 84,6% sedangkan pada konsentrasi etilin glikol rendah (0,25M) juga terjadi peningkatan prosentase fasa aragonit tetapi lebih kecil dari konsentrasi etilin glikol tinggi (0,5M). Penjelasan lebih detail akan diberikan pada subbab berikut.

4.3.1 Pengaruh Penambahan Etanol dan/atau Etilin Glikol Terhadap Pembentukan Fase Kristal Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)

Penelitian ini, dilakukan variasi percobaan etanol dan/atau etilin glikol masing-masing dengan diikuti variasi konsentrasi reaktan maupun temperatur. Zat adiktif etanol dan/atau etilin glikol yang dicampurkan ke dalam aquades dengan perbandingan 1:1. Etanol dan etilin glikol keduanya termasuk alkohol mempunyai gugus $-OH$. Dimana etilin glikol kekentalannya lebih tinggi dari pada etanol. Pengaruh masing-masing penambahan etanol dan etilin glikol pada PCC dibandingkan dalam pembentukan fasa.

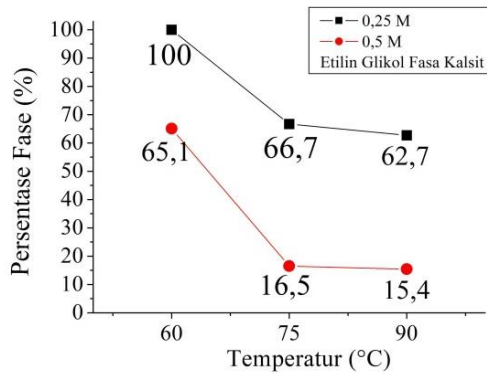


Gambar 4.1 Grafik Hubungan Prosentase Fase Kalsit terhadap Temperatur Pada Variasi Etanol.

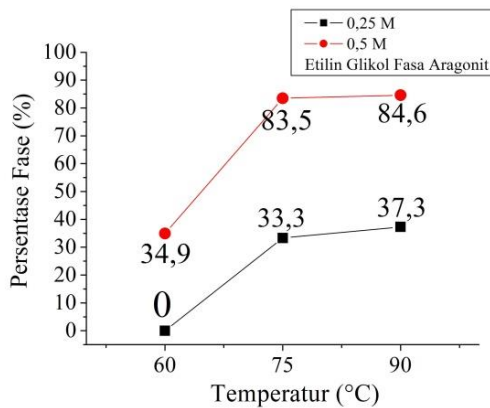


Gambar 4.2 Grafik Hubungan Prosentase Fase Aragonit terhadap Temperatur Pada Variasi Etanol.

Penambahan zat adiktif etanol ke dalam pelarut reaktan PCC dapat memicu pembentukan fasa aragonit hingga prosentase 100% (Sand et. al, 2012). Namun dalam penelitian ini, Hasil prosentase fasa aragonit relatif kecil hingga mencapai 0% dan fasa kalsit terbentuk dengan prosentase yang tinggi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2 Prosentase maksimum fasa aragonit yang diperoleh hanya sebesar 41,1% pada variasi Etanol (0,5M) temperatur 60°C. Hal ini dipengaruhi fasa aragonit yang rentan bertransformasi menuju fasa kalsit. Penambahan etanol dapat memicu terbentuknya fasa aragonit. Sedangkan sintesis PCC ini penambahan etanol tidak berpengaruh besar hanya diduga dapat menyetabilkan fasa aragonit.



Gambar 4.3 Grafik Hubungan Presentase Fase Kalsit terhadap Temperatur Pada Variasi Etilin Glikol.



Gambar 4.4 Grafik Hubungan Presentase Fase Aragonit terhadap Temperatur Pada Variasi Etilin Glikol.

Variasi konsentrasi etilin glikol dihasilkan peningkatan fasa aragonit yang terbilang tinggi dan penurunan fasa kalsit. Konsentrasi etilin glikol 0,25M mengalami kenaikan prosentase aragonit secara betahap dari 0% menjadi 37,3% dan peningkatan

konsentrasi etilin glikol 0,5M menghasilkan peningkatan prosentase aragonit dari 34,9% menjadi 84,6% setiap kenaikan temperatur. Hasil prosentase ini ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan Gambar 4.4. Sintesis aragonit membutuhkan kondisi supersaturasi rendah (Nan, 2008). Penambahan etilin glikol bersifat kental diduga menyebabkan kondisi supersaturasi rendah. PCC sukar larut dalam etilin glikol sehingga menghambat transformasi fasa aragonit menuju fasa kalsit. Ketika pelarut air ditambahkan kelarutan PCC meningkat sehingga aragonit larut dengan baik dan bertransformasi menjadi kalsit (Ryu Miyoung, 2009).

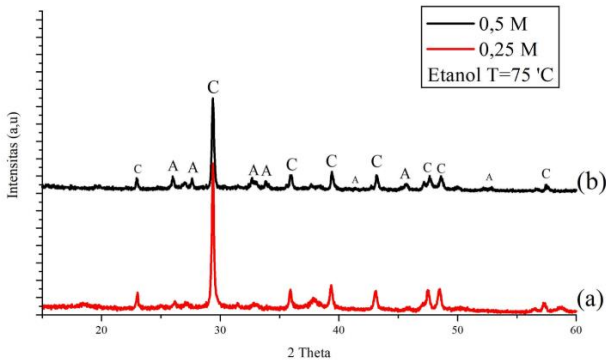
Fasa Aragonit terbentuk pada temperatur tinggi diatas 60°C . Penelitian Arifin, dkk (2020) menyatakan sintesis PCC metode pencampuran larutan tidak terbentuk fasa aragonit pada temperatur tinggi, sedangkan pada metode karbonasi terbentuk fasa aragonit pada temperatur yang sama hingga prosentase 90%. Penelitian ini ditambahkan pelarut etanol dan/atau etilin glikol sehingga terbentuk fasa kalsit dan aragonit pada temperatur tinggi. Kalsit sendiri selalu terbentuk pada semua variasi temperatur. Aragonit diutamakan terbentuk pada penelitian ini, Penambahan etanol dan/atau etilin glikol mempengaruhi kelarutan reaksi pada sintesis PCC. Hal ini dapat meningkatkan prosentase fasa aragonit dengan kadar kelarutan yang tepat.

Berdasarkan penelitian Chen et. al (2006) bahwa penambahan alkohol pada larutan yang terdapat ion Ca^{2+} dan CO_3^{2-} dapat meningkatkan indeks saturasi larutan. Indeks saturasi akan tinggi ketika dua larutan dicampurkan, namun sebagai hasil presipitasi maka indeks saturasi akan menurun diikuti dengan perubahan pada bentuk kristal. Larutan aquades dengan etanol dan/atau etilin glikol dicampurkan akan terjadi transformasi dalam proses dengan mudah. Fasa metastabil mudah larut dalam

aquades daripada fasa stabil. Dimana fasa metastabil juga dapat dengan mudah bertransformasi ke fasa stabil. Penambahan alkohol dapat menghambat transformasi fasa menuju fasa stabil karena kalsium karbonat tidak larut dalam alkohol. Kelarutan berbanding terbalik dengan indeks saturasi. Fasa aragonit berpeluang muncul pada konstanta kelarutan ($Ksp_{aragonite}$) yang tidak jauh dari nilai ($Ksp_{calcite}$) fasa kalsit. Terbukti bahwa fasa aragonit terbentuk pada variasi etilin glikol dengan prosentase tinggi, sedangkan sisanya fasa kalsit tetap terbentuk. Hal ini bahwa etilin glikol memiliki gugus etil yang lebih panjang dari pada etanol, maka kelarutan etanol lebih tinggi dari etilin glikol. Penambahan etilin glikol dapat mengubah indeks saturasi dengan kelarutan yang tepat untuk membentuk fasa aragonit.

4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Reaktan Terhadap Pembentukan Fase Kristal Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)

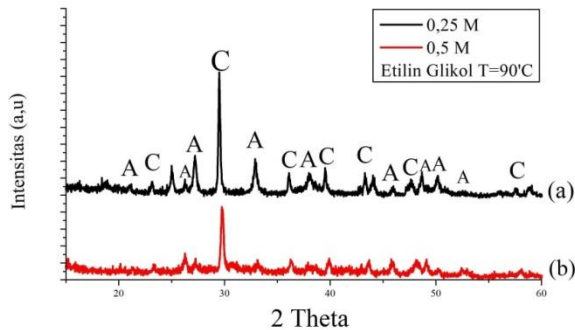
Faktor yang perlu di perhitungkan pada penelitian sintesis PCC ini yaitu konsentrasi reaktan dihasilkan produk fasa aragonit yang tinggi. Variasi tersebut dilakukan pada etanol, etilin glikol dan temperatur. Berdasarkan hasil uji XRD, pola difraksi yang dihasilkan pada variasi konsentrasi pelarut etanol dan/atau etilin glikol terhadap variasi temperatur berturut-turut di tunjukkan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6.



Gambar 4.5 Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Temperatur 75 °C dengan Variasi Konsentrasi Reaktan: (a) 0,25 M dan (b) 0,5M

Pola difraksi dari uji XRD pada Gambar 4.5 menyatakan bahwa hasil sintesis PCC dengan penambahan etanol terbentuk fasa kalsit dan aragonit. Pada setiap variasi reaktan fasa kalsit relatif tinggi yang terlihat pada puncak grafik pada sudut yaitu $29,4^\circ$. Fasa kalsit dan aragonit terjadi sedikit perubahan prosentase pada saat konsentrasi reaktan meningkat. Hal ini menjelaskan bahwa perubahan konsentrasi reaktan menyebabkan perubahan prosentase fasa yang terbentuk, sehingga terjadi sedikit penurunan prosentase fasa kalsit dan sedikit kenaikan prosentase fasa aragonit. Pengaruh reaktan pada sintesis PCC berpengaruh terhadap pembentukan fasa kalsit dan aragonit yang dihasilkan. Sintesis PCC ini ditambahkan etanol saat konsentrasi lebih tinggi dapat memicu pembentukan fasa aragonit. Penelitian Jiuxin (2018), menyatakan bahwa etanol pada konsentrasi rendah sebagai *cosurfaktan*, sedangkan pada konsentrasi tinggi sebagai *cosolvent* dalam campuran air-etanol. Sintesis PCC pada konsentrasi rendah pada variasi etanol tidak menambah tingkat kelarutan sehingga berpeluang membentuk fasa aragonit,

sedangkan dengan konsentrasi tinggi (*cosolvent*) mengakibatkan kelarutan tinggi yang berpeluang membentuk fasa kalsit.



Gambar 4.6 Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Temperatur 90°C dengan Variasi Konsentrasi Reaktan: (a) 0,25 M dan (b) 0,5M

Hasil pola XRD pada Gambar 4.6 variasi etilin glikol temperatur 90°C pada setiap konsentrasi reaktan menyatakan bahwa pada konsentrasi reaktan 0,25M dominan terbentuk fasa kalsit, sedangkan pada konsentrasi 0,5M dominan terbentuk fasa aragonit. Pola difraksi kedua variasi tersebut terdapat perbedaan yaitu pada puncak paling tinggi. Etilin glikol konsentrasi 0,25M terdapat pola puncak paling tinggi pada sudut 29,4° ditandai terbentuk fasa kalsit. Pola puncak tertinggi variasi etilin glikol konsentrasi 0,5M terjadi pergeseran pada sudut 29,5° menandakan fasa kalsit yang terbentuk tidak sempurna. Fasa aragonit berpeluang terbentuk tinggi pada variasi etilin glikol konsentrasi 0,5M. Penelitian Batur Ercan (2018) bahwa pencampuran etilin glikol menghilangkan vaterit untuk membentuk aragonit dan menstabilkan fasa tersebut meskipun suhu sintesis tinggi, lebih berpeluang pada konsentrasi yang lebih tinggi. dan penelitian Wei et al (2003) nukleat kalsium karbonat (ACC) diikuti kristalisasi fasa vaterit yang metastabil yang dapat bertransformasi ke fasa

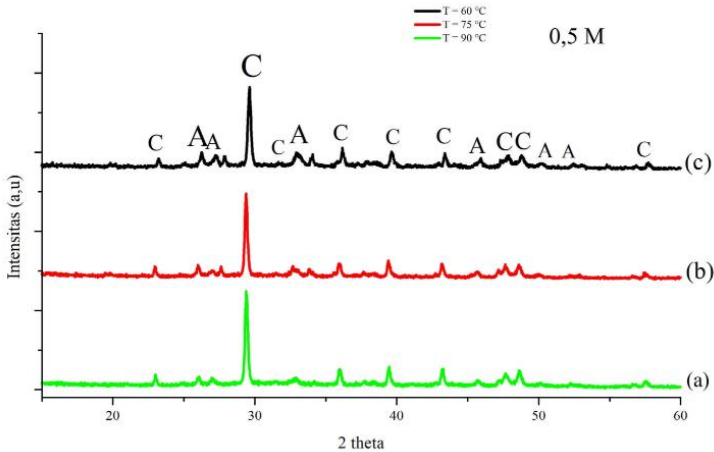
aragonit yang lebih stabil atau fasa kalsit yang paling stabil. Sintesis ini dicampurkan etilin glikol kedalam reaksi sebanyak 50% sehingga ion (OH^-) yang tinggi dapat memicu pembentukan fasa aragonit. Etilin glikol menghambat transformasi fasa aragonit metastabil menuju ke fasa stabil yaitu kalsit, dimana PCC tidak larut dalam etilin glikol.

Konsentrasi reaktan berhubungan dengan korelasi rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$. Peningkatan konsentrasi reaktan pada reaksi volume tetap sehingga rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$ juga meningkat. Rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$ berpengaruh saat terjadi penyerapan ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$ saat proses reaksi pada sintesis PCC, Hal ini memicu pembentukan kristal kalsit. Maka peningkatan rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$ mengakibatkan terjadinya peningkatan kalsit sekaligus. Berbeda pada hasil prosentase fasa setiap variasi etanol dan etilin glikol, saat konsentrasi reaktan dinaikan prosentase fasa kalsit menurun dan fasa aragonit meningkat. Fase kalsit pada variasi etanol menurun sedikit saat kenaikan konsentrasi, sedangkan pada variasi etilin glikol terjadi penurunan dan fasa aragonit sebaliknya. Penelitian Nan (2008), menjelaskan bahwa Pertumbuhan aragonit hanya terjadi pada larutan dengan supersaturasi yang rendah. Supersaturasi reaktan bergantung pada rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$. Semakin tinggi rasio ion semakin tinggi supersaturasi reaktan dan sebaliknya. Tetapi pada sintesis PCC ini pada konsentrasi reaktan yang lebih tinggi fasa aragonit yang dihasilkan lebih tinggi dari pada konsentrasi lebih rendah. Bahwa konsentrasi reaktan hasilnya berpengaruh tetapi ada faktor penambahan pelarut etanol dan/atau etilin glikol yang mempengaruhi lebih besar sehingga terjadi peningkatan fasa aragonit. Variasi etilin glikol menghasilkan fasa aragonit tinggi, dimana etilin glikol sangat kental dibandingkan dengan etanol. Kekentalan ini menghambat kelarutan sintesis PCC. Aragonit

sebagai fasa metastabil mudah larut dalam campuran air sehingga bertransformasi ke fasa kalsit. Kelarutan yang rendah menghambat laju reaksi ion Ca^{2+} dan ion CO_3^{2-} . Maka atom Ca dapat mengikat lebih banyak atom O membentuk formasi CaO_9 , yaitu fasa aragonit.

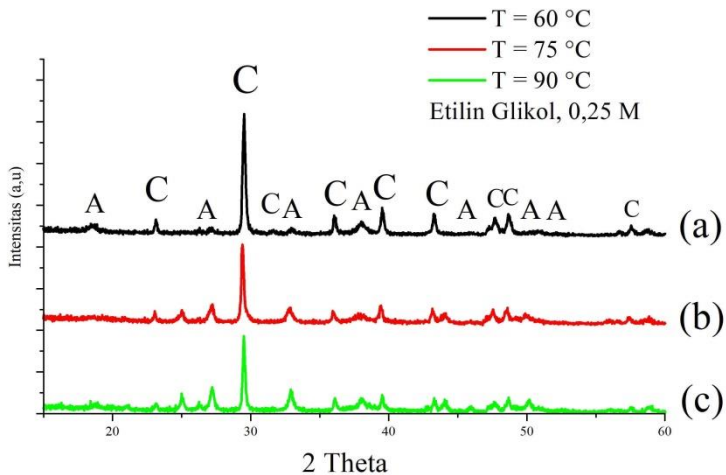
4.3.3 Pengaruh Temperatur Terhadap Pembentukan Fase Kristal Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)

Temperatur merupakan salah satu factor yang memberikan pengaruh besar terhadap pembentukan fasa aragonit. Penelitian Hu (2009) dan Schmidt (2010) menjelaskan bahwa kristal aragonit terbentuk pada temperatur tinggi di atas 60°C . Pada temperatur tinggi sudah banyak penelitian yang menjelaskan pada sintesis PCC akan terbentuk fasa kalsit dan aragonit. Dimana fasa vaterit akan sungkar terbentuk pada keadaan ini. Pada penelitian ini fokus untuk mendapatkan fasa aragonit yang tinggi, oleh sebab itu variasi temperatur sintesis PCC ini dilakukan pada 60°C , 75°C , dan 90°C . Rentang variasi temperatur berkisar 15°C akan dapat diketahui yang paling efektif menghasilkan kristal aragonit yang tinggi. Variasi temperatur digabungkan dengan variasi alkohol akan berpengaruh besar pada pembentukan fasa aragonit.



Gambar 4.7 Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Konsentrasi Reaktan 0,5 M dengan Variasi Konsentrasi Reaktan: (a) 90°C, (b) 75°C, dan (c) 60°C

Pada sintesis PCC variasi temperatur ini, pola difraksi dari uji XRD pada Gambar 4.7 menunjukkan bahwa sebagian besar hasil terbentuk fasa kalsit dan aragonit. Pada variasi etanol 0,5M saat temperatur meningkat sehingga fasa aragonit terjadi penurunan. Pada etanol 0,25M saat kenaikan temperatur terjadi kenaikan fasa aragonit. Hal ini di lihat dari hasil setiap variasi terbentuk fasa kalsit dan aragonit. Sedangkan pada variasi etanol 0,25 M temperatur 60°C hanya terbentuk fasa kalsit. Fasa aragonit juga termasuk fasa metastabil saat keadaan tertentu rentan kembali ke fasa stabil.



Gambar 4.8 Hasil Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Konsentrasi Reaktan 0,5 M dengan Variasi Konsentrasi Reaktan: (a) 60°C, (b) 75 °C, dan (c) 90 °C

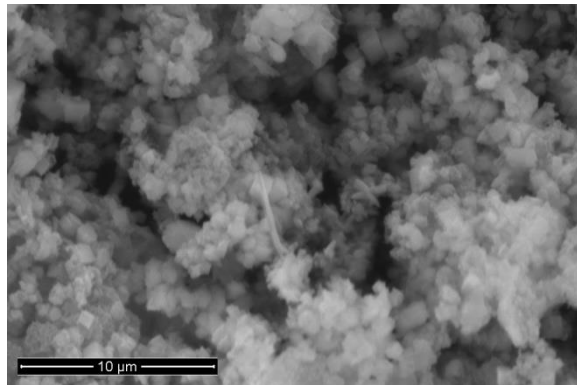
Hasil pola XRD pada Gambar 4.8 menunjukkan bahwa variasi etilin glikol (0,25M) setiap kenaikan temperatur berbanding lurus dengan kenaikan fasa aragonit. Puncak aragonit pada etilin glikol temperatur 60°C terlihat datar dengan prosentase 0%. Sedangkan pada etilin glikol temperatur 75°C dan 90°C mengalami kenaikan puncak aragonit dan diikuti penurunan puncak kalsit pada bidang (104). Partikel aragonit membutuhkan energi ekstra untuk proses kristalisasi yang dapat melalui perlakuan temperatur tinggi. Penelitian Flaten et al. (2009) mampu mensintesis partikel aragonit (hingga 76% berat) pada temperatur 80°C, sedangkan mengulangi perlakuan yang sama pada suhu ruang gagal mendapatkan aragonit. Penelitian Batur Ercan (2018) menyatakan bahwa mengubah jumlah volume etilin glikol (OH-) dapat meningkatkan stabilisasi untuk setiap 3 fasa

PCC pada suhu $\leq 70^\circ\text{C}$. Hal ini berkaitan pada sintesis PCC ini, bahwa temperatur sebagai pemicu pembentukan aragonit, sedangkan penambahan etilin glikol sebagai penyetabil aragonit.

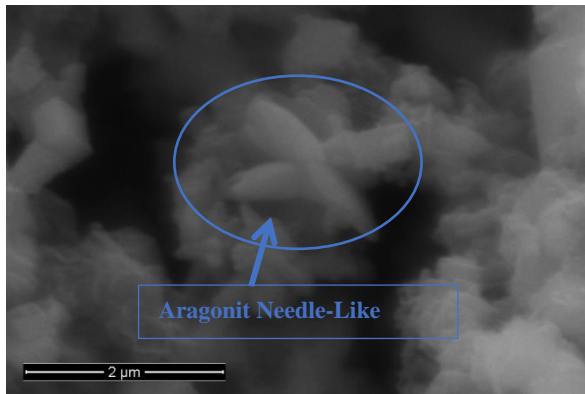
Struktur kristal aragonit memiliki formasi CaO_9 , dimana atom Ca mengikat paling banyak atom O dibandingkan dengan struktur fasa kalsit (CaO_6) dan vaterit (CaO_8). Pembentukan formasi CaO_9 dipengaruhi oleh peningkatan temperatur yang tinggi. Ion Ca^{2+} harus mempunyai energi termal yang tinggi untuk mengikat lebih banyak atom O. Energi termal pada reaktan dapat di tingkatkan saat peningkatan temperatur tinggi. Tambahan energi termal yang di pengaruhi saat temperatur tinggi menyebabkan gerakan vibrasi atom-atom yang ada pada reaktan lebih kuat dan cepat. Hal ini memicu terbentuknya fasa aragonit dengan prosentase yang tinggi. Semakin tinggi temperatur maka semakin tinggi energi termalnya sehingga probabilitas terbentuk kristal aragonit besar dan menurunkan probabilitas kristal kalsit dan vaterit. Pada variasi etanol dan etilin glikol menunjukkan pada beberapa variasi peningkatan temperatur, terjadi peningkatan prosentase fasa aragonit. Terbentuknya fasa aragonit pada konsentrasi etanol (0,25) dan etilin glikol (0,25M dan 0,5M) meningkat secara bertahap. Hal ini menunjukkan bahwa kenaikan temperatur sebagai pemicu termal pembentukan fasa aragonit.

4.4 Pengamatan Morfologi Partikel Kalsium Karbonat Presipitat (PCC)

Hasil sintesis PCC dikarakterisasi dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk dianalisa morfologi fasa yang terbentuk. Berdasarkan hasil uji XRD terbentuk fasa kalsit dan aragonit sehingga morfologi yang akan diamati adalah fasa kalsit dan fasa aragonit.



(a)

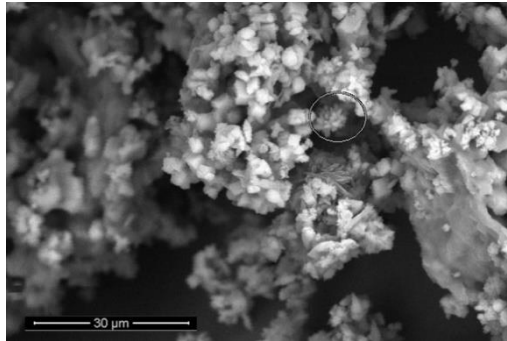


(b)

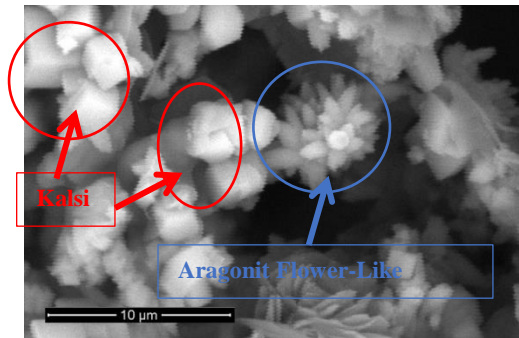
Gambar 4.9 Morfologi PCC dengan SEM pada Etanol 0,25 M Temperatur 90°C (a) Perbesaran 10000X; (b) Perbesaran 50000X

Berdasarkan Gambar 4.9 Hasil uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) pada larutan etanol (0,5M) temperatur 90°C tampak terlihat fasa kalsit dan aragonit berbentuk kubus dan oval memanjang. Fasa aragonit mempunyai struktur kristal orthorombic dengan morfologi *needle-like* (Gunawan dkk, 2005). Fasa aragonit nampak jelas terlihat beberapa dengan bentuk *needle-like* bercabang-cabang, sedangkan fasa kalsit terlihat

dominan sehingga banyak fasa berbentuk *rhombic* yang bertumpuk-tumpuk pada variasi ini. Beberapa partikel aragonit beraglomerasi dengan bentuk panjang menggumpal menandakan partikel ini akan bertransformasi menuju fasa stabil.



(a)

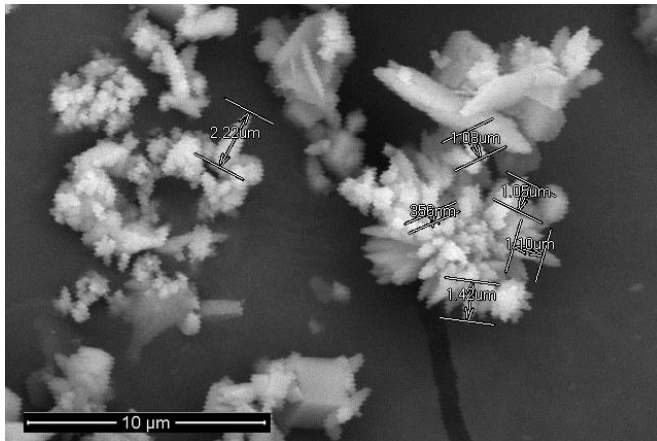


(b)

Gambar 4.10 Morfologi PCC dengan SEM pada Etanol 0,5 M Temperatur 60°C (a) Perbesaran 3000X; (b) Perbesaran 10000X

Pada Gambar 4.10 hasil pengamatan morfologi fasa kalsit dan aragonit pada larutan etanol (0,5M) temperatur 60°C berbentuk kubus dan seperti bunga (*flower-like*). Hasil morfologi ini sesuai dengan uji XRD bahwa prosentase fasa aragonit sebesar

41,1% lebih tinggi dibandingkan prosentase fasa aragonit pada etanol (0,25M) temperatur 90°C. Fasa aragonit berbentuk *flower-like* menunjukkan gabungan dari beberapa fasa aragonit *needle-like* yang terbentuk. Ukuran partikel aragonit dihitung dengan visio diperoleh ukuran panjang rata-rata partikel aragonit berkisar 0,356 μm – 2,22 μm terlihat pada Gambar 4.11.

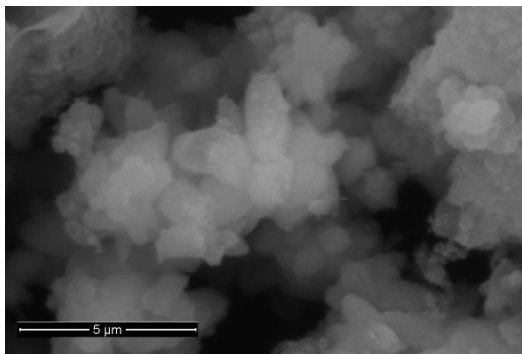


Gambar 4.11 Morfologi PCC dengan SEM pada Etanol 0,5 M Temperatur 60°C Perbesaran 7000X

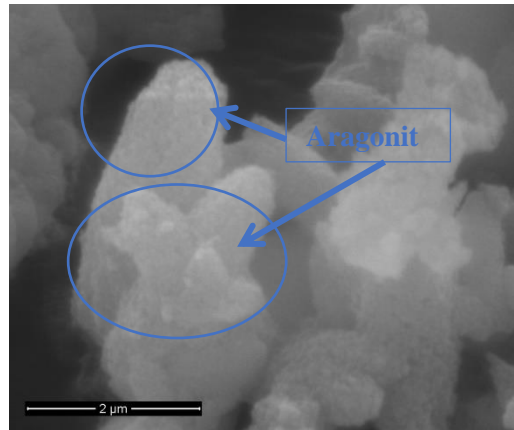
Pada Gambar 4.10(b), dan Gambar 4.11 teramati fasa aragonit berbentuk seperti bunga (*flower-like*), dimana partikel tersebut merupakan fasa aragonit yang terbentuk tidak sempurna. Penelitian Ramakrishna (2016) menyatakan bahwa sintesis PCC menghasilkan fasa aragonit dengan kemurnian 99 % dan partikel yang terbentuk berupa *needle-like/ whisker* sempurna. Ukuran partikel yang terbentuk yaitu sekitar 100-200 nm. Hal ini disebabkan proses penginjeksian Na_2CO_3 lambat yaitu 0,016 ml/min sehingga partikel aragonit tidak mudah beraglomerasi. Sedangkan pada sintesis PCC ini penginjeksian larutan Na_2CO_3

ke dalam larutan CaCl_2 dengan cepat menyebabkan fasa aragonit tidak terbentuk sempurna sehingga berbentuk *flower-like*.

Sebagian aragonit yang terbentuk terlihat beragregasi. Dimana fasa aragonit secara umum berbentuk *needle-like*. Pada penelitian PCC ini terlihat fasa aragonit nampak sebagian terlihat berbentuk gabungan *rhombic* dan *needle-like*. Partikel aragonit yang akan bertransformasi menuju fasa stabil terhambat sehingga terlihat *needle-like* tidak sempurna. Hal ini disebabkan karena penambahan pelarut etanol memicu pembentukan dan penstabilan fasa aragonit (Sand dkk, 2012). Pada penelitian Kurra dan Mukkamala (2013) adanya zat aditif organik dianggap dapat mempengaruhi morfologi partikel PCC. Dalam penelitian ini, penambahan alkohol sebagai pelarut katalis menyebabkan agregasi. Pada saat pencampuran larutan terjadi proses mineralisasi yaitu ion-ion Ca^{2+} pada tahap pertumbuhan CaCO_3 dan kemudian etanol menghambat susunan regular dari Ca^{2+} dan CO_3^{2-} yang dibutuhkan pada pembentukan mineral. Pada tahap selanjutnya alkohol dapat mempengaruhi permukaan partikel dan terkadang menghasilkan agregasi partikel sehingga dapat menghambat aragonit sebelum menjadi kalsit sempurna.



(a)

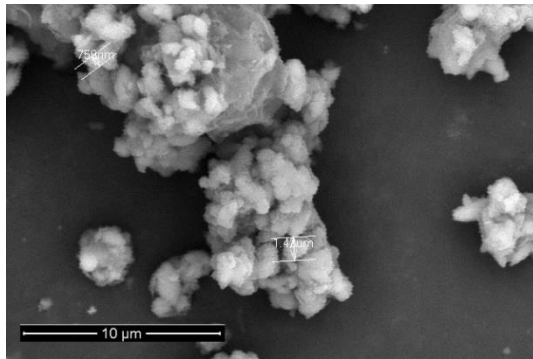


(b)

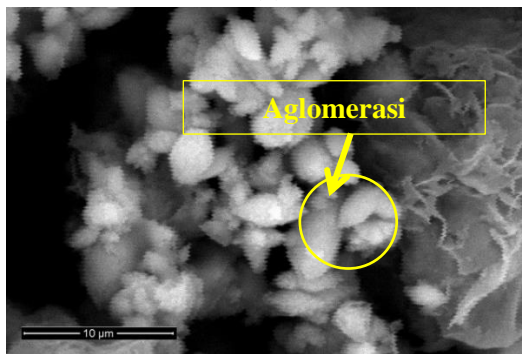
Gambar 4.12 Morfologi PCC dengan SEM pada Etilin Glikol 0,5 M Temperatur 75°C (a) Perbesaran 10000X (b) Perbesaran 50000X

Pada Gambar 4.12 hasil uji SEM morfologi PCC dalam citra gambar tersebut hanya terlihat fasa aragonit berbentuk *needle-like* yang sesuai dengan uji XRD bahwa prosentase fasa aragonit sebesar 83,5% sedangkan fasa kalsit hanya sebesar 16,5%. *Needle-like* tersebut beraglomerasi yang ditandai melebarnya pada puncak 2θ fasa aragonit yaitu $26,24^\circ$ dan $27,28^\circ$. Lebar puncak pola difraksi menandakan ukuran fasa aragonit. Perubahan partikel aragonit berkaitan dengan pertumbuhan kristal fasa metastabil menuju fasa stabil. Proses pertumbuhan kristal melalui difusi partikel yang mudah larut ke permukaan partikel yang lebih stabil. Hal ini dikarenakan luas permukaannya yang tinggi (*porous*) dan sifat termodinamikanya yang labil, Dimana aragonit merupakan partikel yang mudah larut. Partikel aragonit bertransformasi secara bertahap menjadi partikel kalsit. Transformasi partikel aragonit ini di hambat oleh zat pelarut etilin glikol. Dua mekanisme pertumbuhan kristal CaCO_3 lain juga teramati di penelitian ini. Mekanisme pertama terjadi akibat

aglomerasi beberapa partikel kristal yang stabil membentuk partikel dengan ukuran yang lebih besar (Judat, 2004). Mekanisme kedua adalah penambahan ukuran kristal secara bertahap akibat aglomerasi terorientasi dari ion-ion, molekul, atau nanokristal pada permukaan substrat (bidang kristal) (Kidra 2004; Wang, 2006).



(a)



(b)

Gambar 4.13 Morfologi PCC dengan SEM pada Etilin glikol 0,5 M Temperatur 90°C (a) Perbesaran 5000X (b) Perbesaran 10000X

Hasil pengamatan pada Gambar 4.13 etilin glikol (0,5M) temperatur 90°C menggunakan *Scanning Electron Microscopy*

(SEM), morfologi partikel aragonit berbentuk *needle-like* yang tebal. Hasil morfologi ini sesuai dengan uji XRD bahwa prosentase fasa aragonit tinggi sebesar 84,6%, sehingga partikel kalsit tidak terlihat pada variasi ini. Morfologi ini kemungkinan terbentuk karena ketidak sempurnaan pembentukan struktur *Orthorombic* aragonit akibat pertumbuhan kristalnya yang belum sempurna. Pengaruh etilin glikol menyebabkan beberapa titik dengan CO_3^{2-} rendah sehingga reaksi berlangsung lambat dan ukuran partikel menjadi lebih tebal. Temperatur selama sintesis PCC ini juga dianggap mempengaruhi keseragaman ukuran partikel. Oleh sebab itu, Fasa aragonit berbentuk *needle-like* yang tidak sempurna menandakan beberapa fasa aragonit beraglomerasi. Ukuran partikel aragonit dihitung dengan visio diperoleh ukuran *needle-like* panjang rata-rata partikel berkisar 1,14 μm – 1,43 μm .

Morfologi PCC ini terlihat fasa kalsit berbentuk kubus (*rhombic*) dan fasa aragonit berbentuk jarum (*needle-like*) dan bunga (*flower-like*). Hal ini terbukti bahwa alkohol berpengaruh pada morfologi PCC yang dominan terbentuk fasa aragonit. Etanol dan etilin glikol diketahui bahwa keduanya memiliki susunan rantai rumus kimia yang lebih panjang di bandingkan dengan air (H_2O). Etanol atau etilin glikol pada sintesis PCC ini sebagai pelarut tambahan (katalis) yang dapat berfungsi sebagai wadah pembentukan kristal PCC.

Pada variasi etilin glikol lebih besar prosentase fasa aragonit dibandingkan pada variasi etanol. Morfologi fasa aragonit (*needle-like*) pada variasi etilin glikol lebih panjang dan lebar. Hal ini bahwa susunan rantai etilin glikol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) gugus -OH lebih panjang, dan etilin glikol lebih kental di bandingkan dengan etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$). Penelitian Nan (2008), menjelaskan bahwa Pertumbuhan aragonit hanya terjadi pada larutan dengan

supersaturasi yang rendah. Supersaturasi reaktan bergantung pada rasio ion $[\text{Ca}^{2+}]/[\text{CO}_3^{2-}]$. Semakin tinggi rasio ion semakin tinggi supersaturasi reaktan dan sebaliknya. Oleh sebab itu, pada larutan dengan kekentalan tinggi sehingga supersaturasi menjadi rendah sehingga dominan terbentuk fasa aragonit (*needle-like*).

Penelitian sintesis PCC ini terbentuk dua fasa yang terlihat dari hasil uji SEM yaitu kalsit dan aragonit. Hasil pengamatan morfologi uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) sesuai dengan hasil uji XRD yang menunjukkan beberapa hasil sintesis PCC menghasilkan prosentase fasa aragonit tinggi. Fasa aragonit terlihat dengan bentuk antara lain *needle-like* dan *flower-like*.

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian sintesis PCC dengan penambahan alkohol menggunakan metode pencampuran larutan (*solution route*) yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Pengaruh etanol atau etilin glikol dalam sintesis kalsium karbonat presipitat dengan metode pencampuran larutan (*solution route*) menghasilkan fasa kalsit dan aragonit yang tinggi.
2. Peningkatan konsentrasi pada penambahan etanol temperatur 90⁰C diikuti peningkatan fasa aragonit yang terbentuk sebesar 6,2% wt.
3. Peningkatan temperatur dari 60⁰C sampai 75⁰C pada penambahan etanol 0,5 M terjadi penurunan fasa aragonit sebesar 17,3% wt.
4. Peningkatan konsentrasi pada penambahan etilin glikol temperatur 90⁰C diikuti peningkatan fasa aragonit yang terbentuk sebesar 47,3% wt.
5. Peningkatan temperatur dari 60⁰C sampai 75⁰C pada penambahan etilin glikol 0,5 M terjadi peningkatan fasa aragonit sebesar 48,6% wt.
6. Pembentukan morfologi PCC pada penambahan etanol konsentrasi (0,25 M dan 0,5 M) temperatur (90⁰C dan 60⁰C) menghasilkan 2 fasa yaitu kalsit dengan morfologi *rhombic* (kubus) dan aragonit dengan morfologi *needle – like* dan *flower – like*.

7. Sedangkan morfologi pada penambahan etilin glikol konsentrasi (0,5 M) temperatur (75°C dan 90°C) menghasilkan morfologi fasa aragonit yaitu *needle - like*.

5.2 Saran

Penelitian sintesis PCC ini masih diperoleh fasa aragonit yang naik turun dengan prosentase ada yang tinggi dan rendah. Penelitian selanjutnya disarankan dapat memperoleh fasa aragonit tinggi semua setiap variasi dengan metode pencampuran larutan (*solution route*), maupun metode yang lain seperti metode karbonasi (*bubbling*) dengan penambahan jenis alkohol, dan konsentrasi reaktan yang berbeda, sedangkan temperatur disarankan tetap karena fasa aragonit terbentuk pada temperatur tinggi. Konsentrasi reaktan disarankan antara rentang 0,125M – 1M untuk membuktikan konsentrasi paling efektif pada penambahan alkohol untuk mendapatkan fasa aragonit tinggi hingga 90% wt. Penambahan pelarut alkohol dicampurkan pada larutan CaCl_2 saja karena mudah larut dibandingkan dengan dicampurkan pada Na_2CO_3 . Serbuk PCC diharapkan pada penelitian selanjutnya dapat di manfaatkan dalam aplikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifin, Z., Manunggal, M. Pratapa, S., Darminto, 2010. "Identifikasi dan Karakterisasi Batu Kapur (CaCO_3) Kemurnian Tinggi sebagai Potensi Unggulan di Kabupaten Tuban, Executive Summary, Penelitian Produktif ITS.
- Arifin, Z. 2016. "Ketahanan Korosi Lapisan Komposit PANI/ CaCO_3 dalam Lingkungan Geotermal". Disertasi. Surabaya: Jurusan Fisika-Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Batur Ercan, Çağatay Mert Oral, Derya Kapsuz. (2019). "Enhanced Vaterite And Aragonite Crystallization At Controlled Ethylene Glycol Concentrations. Sakarya University Journal of Science". 23(2). 129-138. DOI: 10.16984/saufenbilder.43398
- Chen, S. F.; Yu, S. H.; Jiang, J.; Li, F. Q.; Liu, Y. K. 2006. "Polymorph discrimination of CaCO_3 mineral in an ethanol/water solution: Formation of complex vaterite superstructures and aragonite rods". Chem. Mater. 115–122.
- Flaten, E. M., Seiersten, M., Andreassen, J.P. 2009. "Polymorphism and morphology of calcium carbonate precipitated in mixed solvents of ethylene glycol and water". *Journal of Crystal growth*. 3533-3538.
- Hadiko, G., Han, Y.S., Fuji, M., Takahashi, M. 2005. "Synthesis of Hollow Calcium \ Carbonate Particles by the Bubble Templating Method". Materials letters 59, 2519 – 2522.
- Han, Y.S., Hadiko, G., Fuji, M., Takahashi, M.. 2006. "Factors Affecting the Phase and Morphology of CaCO_3 Prepared by a Bubbling Method". Journal of the European Ceramic Society 26, 843 – 847.

- Hu, Z dkk. 2009. "Synthesis of Needle-Like Aragonite Crystals in the Presence of Magnesium Chloride and Their Application in Papermaking". *Advanced Composite Materials*, 18:4, 315-326, DOI: 10.1163/156855109X434720.
- Jackson, A.K., (2004), *Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transitions in Materials*. ISBN: 3-527-30694-3.
- Jiuxin, J., Wu, Y., Chen, C., Wang, X., Zhao, H., Xu, S., Yang, C., Xiao, B.. 2018. "A Novel Route to Prepare the Metastable Vaterite Phase of CaCO_3 from CaCl_2 Ethanol Solution and NaCO_3 ". *Journal of Crystal Growth*. 430-068.
- Judat, B., Kind, M., 1973. "Absorption of CO_2 in a Suspension of lime". *Journal of Colloid Interface Science*. Vol 28, 825 – 837.
- Kirboga, S., Oner, M. 2013. "Effect of the Experimental Parameters on Calcium Carbonate Precipitation". *Chemical Engineering Transactions*, Vol. 32, ISSN: 1974-9791. Italia : AIDIC.
- Kralj, Damir., Brecevic, Ljerka., 1990. "Vaterite Growth and Dissolution in Aqueous Solution: Kinetics of Crystal Growth". *Journal of Crystal Growth* 104, 793 – 800.
- Kurra, B., Mukkamala, S. B.. 2013. "Combined Influence of Organic Additives on Growth Morphology of Calcium Carbonate". *Journal of Crystal Growth* Vol. 29. India : GITAM University.
- Lailiyah, Q., Apriliani, NF., Mastuki. 2011. "Identifikasi dan Karakterisasi Batu Kapur Tuban untuk Pengembangan Produk CaCO_3 ". Jurusan Fisika FMIPA ITS. Surabaya
- Macijewesky, M., Oswald, H.R. 1994. "Thermal Transformation of Vaterite and Calcite", *Thermochimica Acta* 234, 315 – 328.

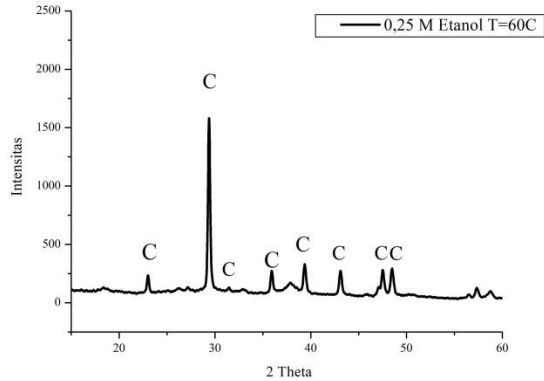
- Macijewesky, Marek., Rudolf, Hens dkk. 1993. "Thermal Transformation of Vaterite and Calcite", Department of Chemical and Engineering and Industrial Chemistry, Swiss.
- Nan Z, A novel morphology of aragonite and an abnormal polymorph transformation from calcite to aragonite with PAM and CTAB as additives. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2008, 317, 77.
- Oates J.A.H. 1998. "Lime and Limestone, Chemistry and Technology", Production and Uses, Wiley – Vch.
- Ogino, T., Suzuki, T., Sawada. 1987. "The Formation and Transformation Mechanism of Calcium Carbonate in Water". *Geochimica at Cosmochimica Acta* 51, 2757 – 2767.
- Park dkk, 2008, "Effect of magnesium chloride and organic additives on the synthesis of Aragonite Precipitated calcium carbonate". *Journal of Crystal growth*, Vol.310, p.2593-2601.
- Peric J.M. —Phase transformation of calcium carbonate polymorphs, *Thermochimica Acta*, 1996, 277, 175-186.
- Prah, J dkk. 2011. "Precipitation of Calcium Carbonate from Calcium Acetate and Ammonium Carbamate Batch System". *Journal of Crystal Growth* Vol. 324: 229-234.
- Ramakrishna et al., 2016. " Precipitated Calcium Carbonate Synthesis by Simultaneous Injection to Produce Nano Whisker Aragonite," *Journal of the Korean Cemmic Society*, vol. 53 [2], pp. 222-226.
- Ramakrishna et al., 2016. "Preparation of Needle-like Aragonite Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from Dolomite by Carbonation Method". *Journal of the Korean Cemmic Society*, vol. 53 [1], pp. 7-12.
- Ryu, M., Ahn J., You K., Goto S., Kim H. 2009. "Synthesis of Calcium carbonate in Ethanol-ethylene Glycol Solvent". *Journal of Crystal growth*. 305-350.

- Sand, K. K., Makovicky, E., Rodriguez, J.D., Benning, L. G., Stipp, S. L. S., 2011. "Crystallization of CaCO₃ in Water–Alcohol Mixtures: Spherulitic Growth, Polymorph Stabilization, and Morphology Change". *Journal of Crystal growth*. 842-853.
- Schmidt, M. dkk.2010. "Phase Transformation in CaCO₃ polymorphs: A spectroscopic, microscopic and diffraction study". *Journal of Colloid and Interface Science* 351, 50-56.
- Waltham, Tony. 2002. "Foundation of Engineering Geology". SPON PRESS: London and New York.
- Wang Chaoyang., He Chengyi., dkk. 2006. "Combination of Adsorbition Porous CaCO₃ Microparticles and Encapsulation by Polyelectrolite Multilayer Films for Sustained Drug Delivery". *International Jurnal of Pharmaceutics* 308, 160 – 167.
- Wei, H., Shen, Q., Zhao, Y., Wang, D. J., Xu, D. F.. 2003. "Influence of Polyvinylpyrrolidone on The Precipitation of Calcium Carbonate and on The Transformation of Vaterite to calcite". *Journal of Crystal growth*. 516-124.
- Xu, X., Zhao, Y., Lai, Q. and Hao, Y., 2011. Effect of polyethylene glycol on phase and morphology of calcium carbonate. *Journal of Applied Polymer Science*, 119(1), 319-324.

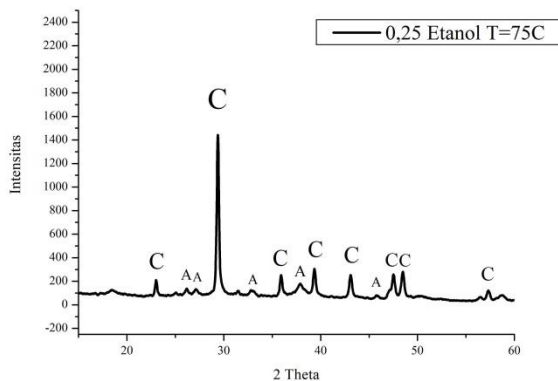
LAMPIRAN

Hasil Karakterisasi Uji *X-Ray Diffractometer (XRD)*

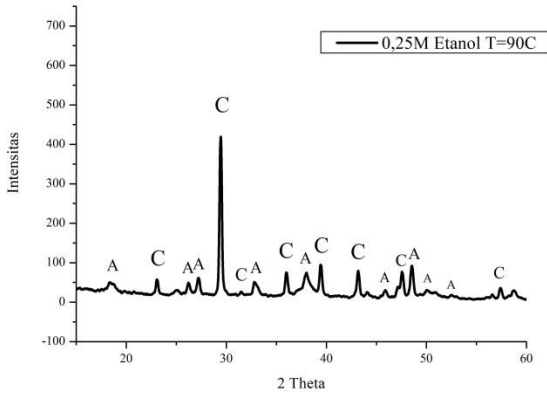
Hasil Karakterisasi Uji *X-Ray Diffractometer (XRD)* pada Sintesis Kalsium Karbonat (PCC)



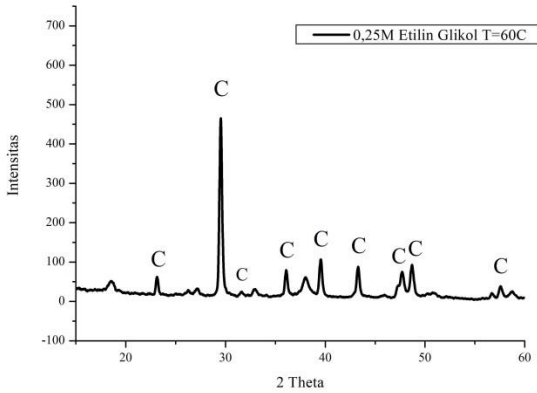
Gambar 1. Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Variasi Temperatur 60⁰C Konsentrasi 0,25M



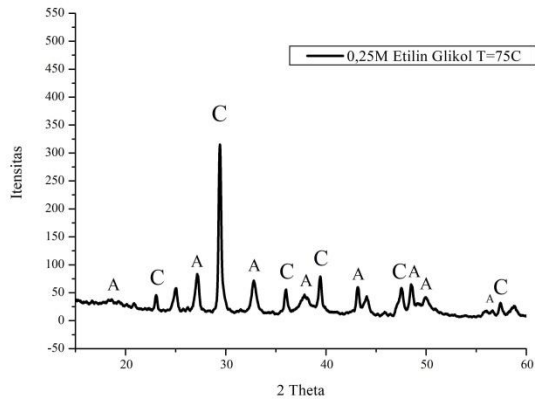
Gambar 2. Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Variasi Temperatur 75⁰C Konsentrasi 0,25M



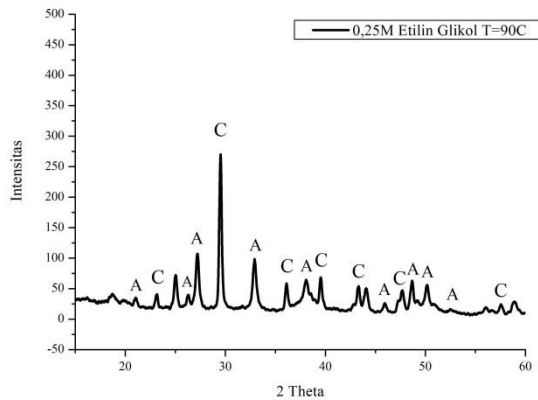
Gambar 3. Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Variasi Temperatur 90°C Konsentrasi 0,25M



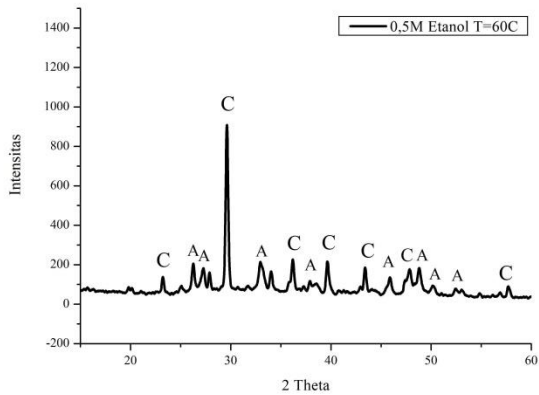
Gambar 4. Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Variasi Temperatur 60°C Konsentrasi 0,25M



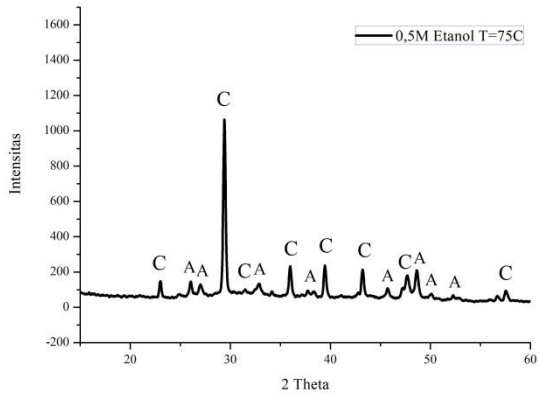
Gambar 5. Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Variasi Temperatur 75⁰C Konsentrasi 0,25M



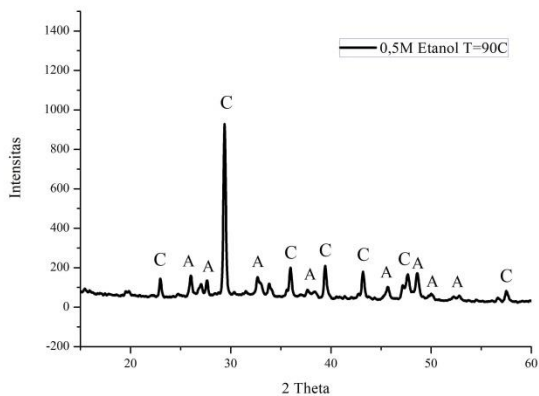
Gambar 6. Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Variasi Temperatur 90⁰C Konsentrasi 0,25M



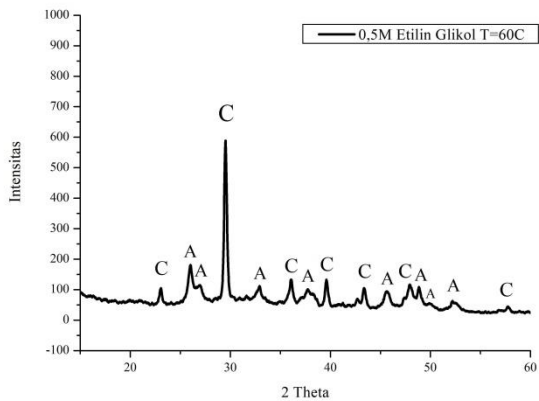
Gambar 7. Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Variasi Temperatur 60⁰C Konsentrasi 0,5M



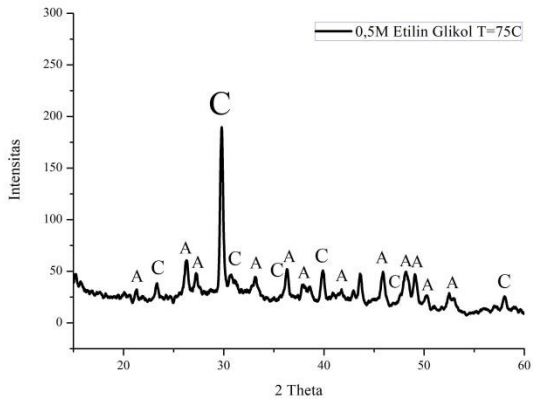
Gambar 8. Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Variasi Temperatur 75⁰C Konsentrasi 0,5M



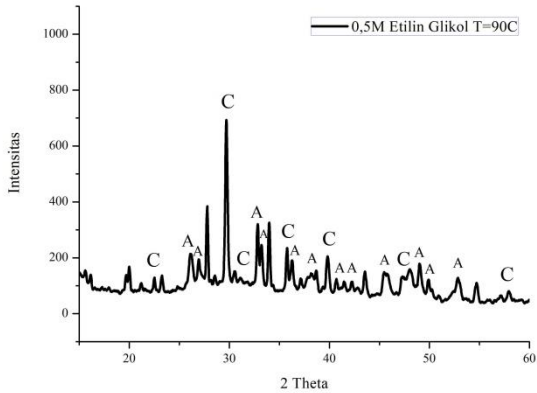
Gambar 9. Pola Difraksi Sinar – X pada Etanol Variasi Temperatur 90⁰C Konsentrasi 0,5M



Gambar 10. Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Variasi Temperatur 60⁰C Konsentrasi 0,5M



Gambar 11. Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Variasi Temperatur 75⁰C Konsentrasi 0,5M



Gambar 12. Pola Difraksi Sinar – X pada Etilin Glikol Variasi Temperatur 90⁰C Konsentrasi 0,5M

BIODATA PENULIS



Eka Cahya Ramadhan, lahir di Kediri 4 Januari 1998. Penulis adalah anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Rahmad Hidayat dan Mujiati Ningsih. Penulis menempuh pendidikan pertama di SDN 1 Kepuh, kemudian melanjutkan ke SMPN 1 Plemahan, SMAN 2 Pare dan pendidikan terakhir adalah mengambil studi di Departemen Fisika ITS melalui seleksi SBMPTN 2016. Selama menempuh perkuliahan, penulis mengambil bidang minat di fisika material. Dalam kesehariannya diluar kegiatan kuliah, penulis lebih sering berkegiatan di minat bakat. Tahun pertama pada masa perkuliahan, penulis sering mengikuti pelatihan mahasiswa antara lain LKMW dan LKMM TD. Pada tahun kedua penulis aktif di *staff* departemen *sport and art* Himasika ITS. Pada tahun ketiga penulis lanjut di Himasika ITS menjadi kabiro minat bakat keolahragaan dan seni.

Penulis mempunyai prestasi akademik yaitu meraih Nilai IP 4,00 pada semester 2, dan meraih IP Ranging 1 pada semester 3. Penulis mempunyai pengalaman di bidang akademik yaitu sebagai asisten laboratorium Fisika 1 pada semester 5 dan semester 7, dan asisten dosen pada mata kuliah Fisika 1 semester 7. Penulis juga mempunyai pengalaman kerja praktek di PT WIKA Beton Pasuruan. Penulis juga mempunyai pengalaman di bidang non akademik yaitu sebagai Kapten Tim Futsal Fisika 2019/2020.

Kritik dan saran : ekacahyaramadhan5@gmail.com

“Halaman ini sengaja dikosongkan”