

## Sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari Batuan Kapur Alam dengan Metode Kaustik Soda (Kajian Konsentrasi HNO<sub>3</sub>)

### *Synthesis of Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from Lime Rock Nature Methods Caustic Soda (Studies Concentration HNO<sub>3</sub>)*

Noor Isnaini Azkiya<sup>\*)</sup>, Fanny Prasetya, Elsa Desyta Putri, Anggita Rosiana, Sri Wardhani  
Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang  
<sup>\*)</sup>Email: isnazkiya@gmail.com

#### ABSTRACT

The limestones was abundant in Tuban, East Java and have high calcium mineral content. Nevertheless, in the economic value, limestone have low price. Aim the research is prepare *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) by caustic soda method. In this method, calcium was dissolved in HNO<sub>3</sub> with different concentration (2, 4,6, 8 M). The Filtrate obtained then was added by Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1 M to get PCC. As the results, The white PCC obtained with the highest rendement is 64,7% when added HNO<sub>3</sub> 6M. Analysis of functional group by FTIR show that there were strong absorption in the 844,76; 912,27 dan 1411,40 cm<sup>-1</sup> that indicated carbonate group. Analysis of Crystallinity by XRD show that there were the peak characteristic of  $2\theta$  on 29,50°; 36,07° dan 39,50° that representative calcite structure. SEM-EDX Analysis show that PCC have a mixing structure of calcite and vaterite.

**Keywords:** limestone, PCC, caustic soda

#### PENDAHULUAN

Batu kapur adalah mineral anorganik dengan penyusun utama kalsium. Keberadaan batu kapur di Indonesia sangat besar dan tersebar hampir merata di seluruh kepulauan Indonesia. Salah satu daerah penghasil utama batu kapur adalah Tuban, Jawa Timur. Potensi batu kapur di Jawa Timur saat ini masih tersedia sebesar ±1.259.438.298 m<sup>3</sup> (Yuliarga, 2011). Keberadaan batu kapur yang melimpah tersebut belum dimanfaatkan secara optimal dan hanya digunakan sebagai bahan bangunan, pengaspal jalan, dan ubin traso dengan harga jual rendah.

Batu kapur alam dapat ditingkatkan kualitasnya menjadi batu kapur murni melalui sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Selama ini Indonesia masih mengimpor PCC untuk industri cat, kertas, karet, makanan, kosmetik, dan farmasi (Soemargono & Billah, 2007). Data Badan Pusat Statistik menunjukkan impor PCC sebesar 30.000.000 – 40.000.000 kg per tahun dan pada tahun 2006 impor PCC di Indonesia mencapai 45.766.370 kg (Haryanto, 2011).

Melalui berbagai penelitian telah berhasil dilakukan sintesis PCC berbahan dasar batu kapur alam dengan metode kaustik soda yang dilakukan dengan tahapan kalsinasi, penambahan HNO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Jamarun, *et al.*, 2007).

Sintesis PCC dengan metode kaustik soda diawali dengan kalsinasi batu kapur hingga terbentuk CaO. Serbuk CaO selanjutnya dilarutkan dalam air hingga terbentuk Ca(OH)<sub>2</sub> yang kemudian direaksikan dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hingga terbentuk CaCO<sub>3</sub> (PCC). Menurut Ahn, *et.al.* (2005) dan larutan HNO<sub>3</sub> dapat meningkatkan kelarutan ion Ca<sup>2+</sup> sehingga PCC yang dihasilkan memiliki rendemen dan kemurnian tinggi (Arief, 2009). Sejalan dengan penelitian Jamarun, dkk. (2007) sintesis PCC dengan variasi konsentrasi HNO<sub>3</sub> yaitu 1,00 ; 1,25 ; 1,50 ; 1,75 dan 2,00 M menghasilkan rendemen terbesar pada konsentrasi HNO<sub>3</sub> 2,00 M dengan lama reaksi 60 menit.

Belum ada penelitian tentang sintesis PCC dengan metode kaustik soda menggunakan variasi konsentrasi HNO<sub>3</sub> 2, 4, 6, 8 M yang secara teoritis semakin besar konsentrasi HNO<sub>3</sub> menghasilkan rendemen semakin besar. Oleh

karena itu perlu dilakukan penelitian dengan variasi tersebut untuk mengetahui kondisi optimum  $\text{HNO}_3$  dalam sintesis PCC dengan metode kaustik soda.

## METODE

Batu kapur dihancurkan dan dihaluskan hingga berukuran 150 mesh dengan ayakan mesh. Batu kapur yang telah halus dikalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 20 menit. Sebanyak 5,6 g hasil kalsinasi ditambahkan larutan  $\text{HNO}_3$  dengan variasi konsentrasi 2; 4; 6; dan 8 M sebanyak 20 mL dan akuades hingga volume 200 mL. Campuran diaduk selama 30 menit pada suhu  $65^\circ\text{C}$  dengan kecepatan pengadukan 700 rpm dan disaring. Filtrat ditambahkan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1M sebanyak 150 mL dengan kecepatan alir 2,5 mL/menit. Reaksi dilakukan dalam waktu 60 menit dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Campuran tersebut kemudian didiamkan selama  $\pm 15$  menit. Produk PCC yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FT-IR, XRD, dan SEM-EDX.

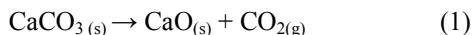
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi sampel dilakukan untuk menghasilkan serbuk halus berwarna putih berukuran 150 mesh. Kandungan kalsium dari batu kapur alam diuji menggunakan XRF dan hasilnya terdapat Tabel 1.

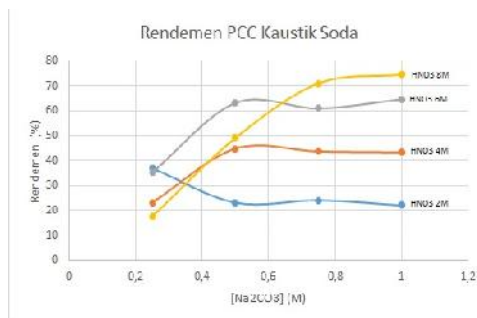
Tabel 1. Uji XRF Sampel BatuKapur

Unsur	Kadar PCC(%)
S	0,03
Fe	0,47
Ba	0,2
Ca	97,55
Ni	1,53
Ti	0,17
Cu	0,14

Setelah dilakukan kalsinasi dari batu kapur alam, diperoleh hasil  $\text{CaO}$  seperti pada persamaan reaksi (1) berikut:



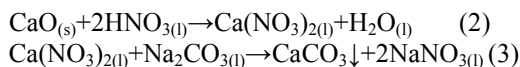
PCC yang dihasilkan berbentuk serbuk halus berwarna putih dengan rendemen tertinggi sebesar 64,7% pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  6M. Berikut adalah rendemen dari PCC yang disajikan pada Gambar 1.



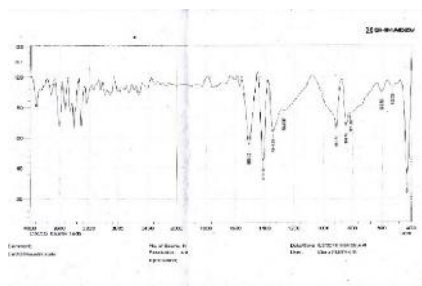
Gambar 1. Grafik rendemen PCC Endapan yang diperoleh berwarna kuning.

Berdasarkan Gambar 1 dapat diketahui semakin tinggi konsentrasi  $\text{HNO}_3$  maka semakin tinggi pula rendemen yang diperoleh. Hal ini sesuai dengan yang diungkapkan oleh Ahn, *et al.* (2005). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Arief (2009) menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi  $\text{HNO}_3$  maka rendemen PCC yang dihasilkan semakin tinggi karena semakin banyak  $\text{Ca}^{2+}$  terlarut sehingga makin banyak yang bereaksi dengan  $\text{CO}_3^{2-}$ .

Pada penambahan  $\text{HNO}_3$  8 M, endapan PCC yang diperoleh berwarna kekuningan. Hal ini karena kandungan batu kapur (seperti pada Tabel 1) menunjukkan adanya besi dimana kelarutan besi semakin meningkat apabila konsentrasi asam meningkat. Pada pH sekitar 7,5 – 7,7 ion ferri teroksidasi menjadi ion ferro dan berikatan dengan hidroksida membentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  yang mengendap (Cole, 1988). Reaksi terbentuknya PCC metode kaustik soda terdapat pada persamaan reaksi (2) – (3) sebagai berikut:



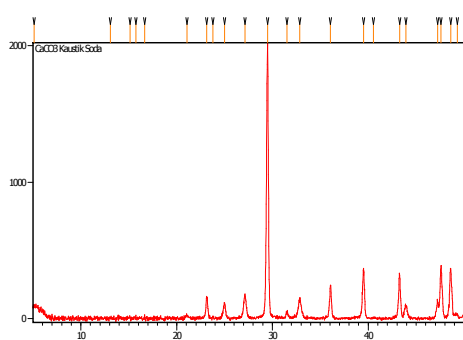
Hasil karakterisasi PCC dengan spektrofotometer FT-IR disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektra FT-IR PCC

Spektra IR PCC pada Gambar 2 menunjukkan serapan dengan puncak kuat pada bilangan gelombang 844,76; 912,27 dan 1411,40  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus karbonat. Hasil ini telah merepresentasikan gugus pada  $\text{CaCO}_3$  sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Chen & Xiang (2009) dan Nyquist & Kagel (1971).

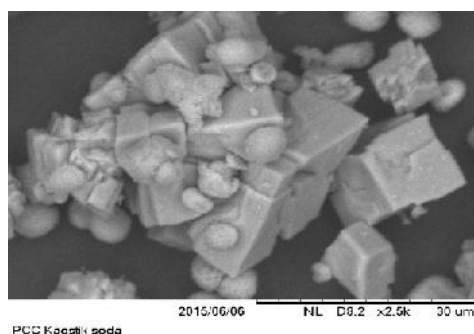
Kristanilitas PCC yang diperoleh diketahui dengan karakterisasi menggunakan XRD. Berikut adalah difraktogram dari PCC yang dihasilkan tersaji pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram PCC

Dari Gambar 3 diperoleh struktur PCC adalah kristal kalsit yang memiliki karakteristik peak dengan  $2\theta$  pada 29,50°; 36,07° dan 39,50°. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Shen, *et al.*, (2007), Yanti, *et al.* (2012) dan JCPDS 00-005-0586.

Karakterisasi SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui bentuk senyawa dan komposisi yang terkandung didalamnya. Hasil analisis SEM-EDX tersaji dalam Gambar 4.



Gambar 4. SEM-EDX PCC

Hasil SEM-EDX PCC kaustik soda pada perbesaran 2500x pada Gambar 4 menunjukkan PCC yang dihasilkan memiliki

struktur campuran berbentuk kubus yang menunjukkan kristal kalsit dan bentuk bulat yang menunjukkan kristal vaterit. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kirboda & Mualla (2011) serta Sabriye *et al.* (2012).

## KESIMPULAN

Pemurnian batu kapur telah berhasil dilakukan melalui sintesis PCC dengan metode kaustik soda. Kondisi optimum dicapai pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  6M dan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1M dengan rendemen sebesar 64,7%. Berdasarkan karakterisasi FT-IR menunjukkan adanya gugus karbonat. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa PCC yang diperoleh memiliki struktur kristal kalsit. Sedangkan karakterisasi menggunakan SEM-EDX menunjukkan bahwa PCC dengan metode kaustik soda memiliki struktur campuran kalsit dan vaterit.

## Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih pada DIKTI serta seluruh pihak terkait yaitu Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya atas bantuan pendanaan demi terselesaikannya penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ahn, J.W., Kim, J.H., Park, H.S., Kim, J.A., Han, C., dan Kim, H. (2005). *J. Chem. Eng., Synthesis Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate in  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ - $\text{Na}_2\text{CO}_3$ - $\text{NaOH}$  Reaction System*, Vol.22 (6), pp. 852-856.
- Arief, S., Novesar, Jamarun. (2009). *Studi Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batu Kapur Alam Sumatera Barat, Padang: Penelitian Hibah Strategis Nasional Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas.*
- Chen J., Xiang L. (2009). *Powder Technology, Controllable Synthesis Of Calcium Carbonate Polymorphs at Different Temperatures*, Vol.189, pp. 64 – 69.
- Cole, G.A. (1988). *Textbook of Limnologi* Third Edition, Waverland Press Inc, New York USA.
- Haryanto, B., *Potensi Pembuatan PCC Dari Batu Kapur Di Sumatera Barat. Teknik kimia Universitas Bung Hatta, Sumatera Barat.*

- Jamarun, Novesar, Yulfitrin, dan Syukri Arief. (2007). *J.Ris Kim., Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batu Kapur dengan Metode Kaustik Soda*, Vol.1 (1).
- Nyquist, R.A. and Ronald O. Kagel. (1971). *Infrared Spectra of Inorganic Compound*, Academic Press, Inc., London.
- Sabriye, Piskin, Ozgul, Dere Ozdemir. (2012). *International Journal of Biological, Ecological and Environmental Sciences (IJBEES)*, Effect of Process Conditions on Crystal Structure of Precipitated Calcium Carbonate (CaCO<sub>3</sub>) From Fly Ash: Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Preparation Conditions, Vol.1(6), pp. 2277 – 4394.
- Shen Y., Xie A., Chen Z., Xu W., Yao H., Li S., Huang L., Wu Z., Kong X. (2007). *Materials Science and Engineering*, Controlled synthesis of calcium carbonate nanocrystals with multi-morphologies in different bicontinuous microemulsions, Vol.443, pp. 95–100.
- Soemargono, Billah M. (2007). *Reaktor, Pembuatan Kalsium Karbonat dari Bittern dan Gas Karbon Dioksida secara Kontinyu*, Vol.11 (1), pp. 14-21.
- Yanti, P.H., Novesar J., dan Syukri A. (2012). *Repository University of Riau, Synthesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC) using Lisin as Directing Agent*, Seminar UR-UKM Optimalisasi Riset Sains dan Teknologi Dalam Pembangunan Berkelanjutan, pp. 31-33.
- Yuliarga, A.K. (2011). *Gampang Memanfaatkan Potensi Gamping di Indonesia*, Sumber: <http://m.kompasiana.com>, [23 Juli 2014]