



UNIVERSITAS DIPONEGORO

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *Precipitated Calcium Carbonate* DARI LIMBAH ASPAL BUTON
 MENGGUNAKAN *HYDROCHLORIC ACID* DENGAN
 METODE KARBONASI AMONIUM BIKARBONAT
 (NH_4HCO_3)**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk penyusunan Tugas Akhir di
 Program Studi S-1 Teknik Mesin Fakultas Teknik
 Universitas Diponegoro**

**MILENO MARANDRIA PUTRA
 21050119120007**

**FAKULTAS TEKNIK
 PROGRAM STUDI S-1 TEKNIK MESIN**

**SEMARANG
 JULI 2024**

HALAMAN TUGAS AKHIR

Diberikan Kepada : Nama : Mileno Marandria Putra
NIM : 21050119120007

Dosen Pembimbing I : Prof. Dr. rer. Nat. Ir. A. P. Bayuseno, M.Sc.

Dosen Pembimbing II : Dr. Rifky Ismail, S.T., M.T.

Jangka Waktu : 9 Bulan

Judul : “Sintesis Dan Karakterisasi Precipitated Calcium Carbonate Dari Limbah Aspal Buton Menggunakan Hydrochloric Acid Dengan Metode Karbonasi Amonium Bikarbonat (NH_4HCO_3)”.

Isi Tugas : 1. Menghasilkan produk *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan bahan baku limbah ekstraksi asbuton dengan metode karbonasi.
2. Mengetahui pengaruh temperatur karbonasi terhadap karakteristik *precipitated calcium carbonate* (PCC).
3. Mengetahui *precipitated calcium carbonate* (PCC) yang dihasilkan sesuai dengan standar industri.

Semarang, 24 Juli 2024

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

Prof. Dr. rer. Nat. Ir. A. P. Bayuseno, MSc

NIP. 196205201989021001

Dr. Rifky Ismail, ST., MT.

NIP. 198007162008011017

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Tugas akhir ini adalah hasil karya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun
yang dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Mileno Marandria Putra

NIM : 21050119120007

Tanda Tangan :

Tanggal : 24 Juli 2024

HALAMAN PENGESAHAN

Tugas akhir ini diajukan oleh :

Nama : Mileno Marandria Putra
NIM : 21050119120007
Departemen/Program Studi : S-1 Teknik Mesin
Judul Skripsi : “Sintesis Dan Karakterisasi Precipitated Calcium Carbonate Dari Limbah Aspal Buton Menggunakan Hydrochloric Acid Dengan Metode Karbonasi Amonium Bikarbonat (NH_4HCO_3)”.

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Tim Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.

TIM PENGUJI

Pembimbing I : Prof. Dr. rer. nat. Ir. A. P. Bayuseno, M.Sc. ()
Pembimbing II : Dr. Rifky Ismail, S.T., M.T. ()
Penguji : Dr. techn. Khoiri Rozi, S.T., M.T. ()

Semarang, 24 Juli 2024

Program Studi S1 Teknik Mesin

Ketua,

Dr. Rifky Ismail, ST., MT.

NIP. 198007162008011017

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai *civitas academica* Universitas Diponegoro, saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Mileno Marandria Putra
NIM : 21050119120007
Jurusan/Program Studi : S1-Teknik Mesin
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Tugas Akhir

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Diponegoro **Hak Bebas Royalti Noneksklusif** (*None-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya dan dosen pembimbing yang berjudul : SINTESIS DAN KARAKTERISASI PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE DARI LIMBAH ASPAL BUTON MENGGUNAKAN HYDROCHLORIC ACID DENGAN METODE KARBONASI AMONIUM BIKARBONAT (NH₄HCO₃). Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti/Noneksklusif ini Universitas Diponegoro berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama kami sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Semarang
Pada Tanggal : 24 Juli 2024
Yang Menyatakan

Mileno Marandria Putra

NIM 21050119120007

ABSTRAK

Salah satu sumber kalsium yang banyak diaplikasikan dalam dunia industri adalah *Precipitated calcium carbonate* (PCC). PCC dapat disintesis dari material yang mengandung kalsium, seperti limbah ekstraksi aspal buton. Limbah ekstraksi aspal buton mengandung sekitar 25,5 % Ca, sehingga mempunyai potensi besar sebagai bahan dasar pembuatan PCC. Sintesis PCC menggunakan metode karbonasi, sehingga dapat mengurangi pencemaran lingkungan akibat limbah dan polusi CO₂. Penelitian sintesis PCC ini menggunakan metode *pH-swing* dengan asam klorida (HCl) sebagai pelarut dan ammonium bikarbonat (NH₄HCO₃) sebagai sumber CO₂ dengan variasi temperatur karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C. Produk sintesis PCC kemudian dilakukan uji XRD, FTIR, dan SEM dengan tujuan memperoleh persentase kristalinitas, struktur, ukuran, *wavenumber*, dan morfologi kristal PCC. Metodologi peneliti secara kuantitatif dengan metode eksperimen. Proses pembuatan PCC dengan mencampurkan limbah asbuton terkalsinasi durasi 5 jam pada temperatur 900°C dengan asam klorida dan natrium hidroksida untuk menghasilkan kalsium hidroksida (Ca(OH)₂). Selanjutnya, Ca(OH)₂ dicampurkan dengan NH₄HCO₃ dengan parameter variasi temperatur 30°C, 40°C, dan 50°C. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan semakin meningkat temperatur karbonasi maka ukuran rata-rata, serta persentase kristalinitas kalsit mengalami peningkatan. Pada pengujian FTIR menunjukkan adanya gugus CaO dan CO serta puncak *wavenumber* menunjukkan dominasi kristal kalsit dan vaterite. Hasil pengujian SEM menunjukkan morfologi kalsit (kubus) meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur karbonasi. Variasi temperatur karbonasi 50°C paling optimal untuk memenuhi standar ISO 3262-6:1998.

Kata Kunci : *Precipitated calcium carbonate*, limbah ekstraksi asbuton, dan *pH-swing*.

ABSTRACT

One of the calcium sources widely applied in the industrial world is Precipitated Calcium Carbonate (PCC). PCC can be synthesized from materials containing calcium, such as asphaltite extraction waste. Asphaltite extraction waste contains about 25.5% Ca, thus having significant potential as a raw material for PCC production. PCC synthesis employs the carbonation method, thereby reducing environmental pollution due to waste and CO₂ emissions. This PCC synthesis research utilizes the pH-swing method with hydrochloric acid (HCl) as a solvent and ammonium bicarbonate (NH₄HCO₃) as a CO₂ source, with carbonation temperature variations of 30°C, 40°C, and 50°C. The PCC synthesis products are then subjected to XRD, FTIR, and SEM tests to determine the crystallinity percentage, structure, size, wavenumber, and crystal morphology of PCC. The researcher's methodology is quantitative, employing an experimental approach. The PCC manufacturing process involves mixing calcined asphaltite waste for 5 hours at 900°C with hydrochloric acid and sodium hydroxide to produce calcium hydroxide (Ca(OH)₂). Subsequently, Ca(OH)₂ is mixed with NH₄HCO₃ at various carbonation temperatures of 30°C, 40°C, and 50°C. XRD characterization results indicate that as the carbonation temperature increases, the average size and percentage crystallinity of calcite increase. FTIR testing reveals the presence of CaO and CO groups, and peak wavenumbers indicate the dominance of calcite and vaterite crystals. SEM testing shows that the morphology of calcite (cubes) increases with rising carbonation temperature. A carbonation temperature variation of 50°C is found to be the most optimal for meeting the ISO 3262-6:1998 standard.

Keywords: Calcium carbonate deposit, asbuton extraction waste, and pH-swing.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan berkat-Nya, yang telah memberikan kekuatan dan kemampuan bagi saya untuk menyelesaikan Tugas Akhir yang merupakan tahap akhir dari proses untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik Mesin di Universitas Diponegoro. Saya menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak pada penyusunan Tugas Akhir ini sulit bagi saya untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. rer. nat. Ir. A.P. Bayuseno, M.Sc, Bapak Dr. Rifky Ismail S.T., M.T., dan Mas Michael Ambarita S.T., dan mas Andiyanto S.T. selaku dosen pembimbing I, dosen pembimbing II, pembimbing lapangan, dan laboran Laboratorium Material Teknik Universitas Diponegoro yang telah memberikan masukan serta pengarahan kepada penulis dalam menyusun Tugas Akhir ini.
2. Ibu, Bapak, dan keluarga saya yang telah memberi bantuan dukungan material dan moral,
3. Devit Ardiyansyah dan Ghani Widyatna Reswara selaku rekan satu bimbingan yang selalu membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini, dan
4. Angkatan 2019 dan semua pihak yang tidak bisa sebutkan satu persatu yang telah membantu penyelesaian laporan tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan dari penyusun laporan ini sangat kami harapkan. Semoga hasil-hasil yang dituangkan dalam laporan ini bermanfaat bagi siapa saja yang memerlukan.

Semarang, 24 Juli 2024

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN TUGAS AKHIR	iii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iv
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
KATA PENGANTAR.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL	xvi
NOMENKLATUR	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
1.6 Sistematika Penulisan	6
BAB II LANDASAN TEORI	7
2.1 Penelitian Kalsium Karbonat	7
2.2 Sumber Kalsium Karbonat.....	9
2.2.1 Aspal Buton	9
2.2.2 Karbon Dioksida	12
2.2.3 <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> (PCC).....	13
2.2.4 Karakterisasi <i>Precipitated Calcium Carbonate</i>	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	28
3.1 Diagram Alir Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	30
3.2.1 Alat.....	30
3.2.2 Bahan	40

3.3	Variabel Penelitian.....	43
3.3.1	Variabel Tetap.....	43
3.3.2	Variabel Bebas	43
3.3.3	Variabel yang Dinilai	44
3.4	Prosedur Penelitian	44
3.4.1	Proses Reduksi Ukuran Butir.....	44
3.4.2	Proses Pengenceran Larutan	44
3.4.3	Proses Kalsinasi	45
3.4.4	Proses Sintesis <i>Precipitated Calcium Carbonate</i>	46
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	50	
4.1	Sintesis <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> Menggunakan Metode pH-Swing	50
4.1.1	Preparasi Bahan	50
4.1.2	Ekstraksi Asbuton	56
4.1.3	Karbonasi	57
4.2	Karakterisasi <i>Precipitated Calcium Carbonate</i>	60
4.2.1	Karakterisasi <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> dengan XRD	60
4.2.2	Karakterisasi <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> dengan FTIR.....	74
4.2.3	Karakterisasi <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> dengan SEM	81
4.3	Standar Kualitas PCC	87
BAB V PENUTUP.....	89	
5.1	Kesimpulan	89
5.2	Saran	89

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Lokasi Penambangan Aspal Buton (Hadiwisastra, 2009).	10
Gambar 2.2 Cadangan Aspal Buton (CNN, 2023).	10
Gambar 2.3 (a) Morfologi dan (b) Bentuk Kristal Kalsit (Dizaj dkk., 2015; Jimoh dkk., 2018).	15
Gambar 2.4 (a) Morfologi dan .(b) Bentuk Kristal Aragonit (Dizaj dkk., 2015; Jimoh dkk., 2018).....	16
Gambar 2.5 (a) Morfologi dan (b) Bentuk Kristal Vaterit (Dizaj dkk., 2015; Jimoh dkk., 2018).....	16
Gambar 2.6 Skema. Proses Karbonasi Langsung dan Tidak Langsung (Reddy dkk., 2019)	19
Gambar 2.7 Skema Prinsip.Kerja XRD (Titus dkk., 2019).....	22
Gambar 2.8 Diagram Skematik SEM (Inkson, 2016).	24
Gambar 2.9 Diagram Skematik FTIR (Dutta, 2017).....	26
Gambar 3.1 Diagram/Alir/Penelitian.....	29
Gambar 3.2 Diagram/Alir/Penelitian/(Lanjutan).....	30
Gambar 3.3 Mesh 100	31
Gambar 3.4 Furnace Chamber TableTop.	31
Gambar 3.5 Timbangan Digital.	32
Gambar 3.6 Magnetic Stirrer	32
Gambar 3.7 Gelas Beaker.....	33
Gambar 3.8 Tabung Erlenmeyer	33
Gambar 3.9 pH Meter Digital.....	34
Gambar 3.10 Kertas Saring Whatman	34
Gambar 3.11 Pompa Vakum.	35
Gambar 3.12 Mortar dan Cawan	35
Gambar 3.13 Oven.....	36
Gambar 3.14 Termometer.	37
Gambar 3.15 Alat Uji X-Ray/Diffraction (XRD).....	37
Gambar 3.16 Alat Uji Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).....	38

Gambar 3.17 Alat Uji Scanning Electron Microscope (SEM).....	38
Gambar 3.18 Logo Highscore Plus.....	39
Gambar 3.19 Logo Software OriginLab.....	40
Gambar 3.20 Limbah Ekstraksi Asbuton.	41
Gambar 3.21 Larutan Asam Klorida 2M.....	41
Gambar 3.22 Amonium Bikarbonat	42
Gambar 3.23 Larutan Akuades.....	42
Gambar 3.24 Natrium Hidroksida.	43
Gambar 3.25 Hasil Reduksi Ukuran Butir.....	44
Gambar 3.26 Proses Pengenceran Larutan.	45
Gambar 3.27 Proses Kalsinasi	45
Gambar 3.28 Proses Pengadukan Limbah Asbuton Terkalsinasi dengan Asam Klorida.....	46
Gambar 3.29 Penyaringan Larutan Ca(OH) ₂	46
Gambar 3.30 Proses Karbonasi Larutan Ca(OH) ₂	47
Gambar 3.31 Proses Penyaringan PCC	47
Gambar 3.32 PCC Setelah Dioven.	48
Gambar 4.1 Limbah Asbuton (A) Setelah Mesh 100 (B).....	51
Gambar 4.2 Difaktrogram Limbah Ekstraksi Asbuton Terkalsinasi (Sadewa, 2022).	54
Gambar 4.3 Ekstraksi Asbuton.....	56
Gambar 4.4 Proses pH-swings	57
Gambar 4.5 Difraktogram PCC Limbah Asbuton Temperatur karbonasi 30°C..	61
Gambar 4.6 Analisis Rietveld Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C.	62
Gambar 4.7 Ukuran Kristal dan Density Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C.....	62
Gambar 4.8 Volume Kristal Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C.	63
Gambar 4.9 Difraktogram PCC Limbah Asbuton Temperatur karbonasi 40°C..	63

Gambar 4.10 Analisis Rietveld Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C	64
Gambar 4.11 Ukuran Kristal dan Density Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C.....	65
Gambar 4.12 Volume Kristal Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C	65
Gambar 4.13 Difraktogram PCC Limbah Asbuton Temperatur karbonasi 50°C.	66
Gambar 4.14 Analisis Rietveld Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C.	67
Gambar 4.15 Ukuran Kristal dan Density Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C.....	67
Gambar 4.16 Volume Kristal Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C.	68
Gambar 4.17 Perbandingan Pengaruh Variasi Temperatur Karbonasi Terhadap Persentase Kristalinitas, Density, Volume, dan Ukuran Rata-Rata PCC Limbah Asbuton.	70
Gambar 4.18 Difraktogram XRD PCC Limbah Asbuton Dengan Variasi Temperatur Karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C.....	72
Gambar 4.19 Difraktogram PCC Berbahan Red Gypsum (Azdarpour dkk., 2017)	73
Gambar 4.20 Difraktogram PCC Berbahan Limestone (Wardhani dkk., 2018)	73
Gambar 4.21 Difraktogram PCC Berbahan Asbuton (Sadewa dkk., 2022).....	73
Gambar 4.22 Spektra PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C.	75
Gambar 4.23 Spektra PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C.	76
Gambar 4.24 Spektra PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C.	77
Gambar 4.25 Spektra Inframerah (IR) PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi.	80
Gambar 4.26 Spektra Inframerah PCC CaCl ₂ (Chen dan Xiang., 2008).....	80
Gambar 4.27 Spektra Inframerah PCC Limestone (Wardhani dkk., 2018).	81
Gambar 4.28 Spektra Inframerah PCC Limbah Asbuton (Sadewa dkk., 2022)..	81

Gambar 4.29 Morfologi PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C Dengan Perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X	82
Gambar 4.30 Morfologi PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C Dengan Perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X.	83
Gambar 4.31 Morfologi PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C Dengan Perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X.	84
Gambar 4.32 Hasil Pengujian SEM PCC Berbahan Red Gypsum (Azdarpour dkk., 2017).	86
Gambar 4.33 Hasil Pengujian SEM PCC Berbahan Limestone (Wardhani dkk., 2018).	86
Gambar 4.34 Hasil Pengujian SEM PCC Berbahan Asbuton (Sadewa dkk., 2022)	
.....	86

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi Kimia Aspal Buton Kabungka.dan Lawele (Kurniadji, 2010).	11
Tabel 2.2 Kondisi Pembentukan Polimorf PCC (Liendo dkk., 2022).....	17
Tabel 2.3 Perbandingan.Proses Pembuatan. PCC (Hannu dkk., 2014).....	20
Tabel 2.4 Aplikasi PCC Sesuai dengan Polimorf.....	20
Tabel 2.5 Kelebihan dan Kekurangan. XRD (Physic, 2022).	23
Tabel 2.6 Kelebihan dan Kelmahan SEM (Choudhary dan Priyanka, 2017).....	25
Tabel 4.1 Hasil Pengujian XRF Limbah Ekstraksi Asbuton (Sadewa dkk., 2022).	52
Tabel 4.2 Hasil Pengujian XRF Limbah Ekstraksi Asbuton Terkalsinasi (Sadewa dkk., 2022).	52
Tabel 4.3 Perbandingan % Rendemen Temperatur Karbonasi dan Laju Aliran CO ₂	60
Tabel 4.4 Perbandingan Ukuran Kristal, Volume, Density, dan Persentase Kristalinitas Dari PCC limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi.	68
Tabel 4.5 Perbandingan Peaks Dominan PCC Limbah Asbuton Dengan Jurnal Acuan.	71
Tabel 4.6 Perbandingan Wavenumber PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi Dengan Penelitian Lain.....	79
Tabel 4.7 Kualitas PCC limbah ekstraksi asbuton berdasarkan ISO 3262-6:1998.	87

NOMENKLATUR

Notasi	Keterangan	Satuan
.	Notasi Bilangan Desimal	-
,	Notasi Bilangan Ribuan	-
θ	Sudut Posisi Puncak Difraksi	$^{\circ}$
\AA	Ukuran Kristal	-
g	Fasa Gas	-
s	Fasa Solid	-
l	Fasa Cair	-
aq	Fasa Larutan	-
$v1$	Simetris Ion Karbonat	cm^{-1}
$v2$	Serapan Lentur Di luar Bidang	cm^{-1}
$v3$	Bentangan Asimetris	cm^{-1}
$v4$	Tekukan Pada Bidang	cm^{-1}

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kepentingan dalam negeri terhadap aspal untuk mendukung pembangunan jalanan di Indonesia sebenarnya harus mengimpor minyak aspal dalam jumlah yang sangat besar secara konsisten dari berbagai negara. (Lubis dkk., 2022). Sekitar 1.8 miliar ton kebutuhan aspal Indonesia saat ini, akan tetapi produsen lokal hanya mampu memenuhi 344 juta ton dan sisanya diimpor dari Singapura (Efendi dan Ervina, 2019). Untuk mengatasi masalah ini, penting untuk menggunakan bahan berbeda yang dapat diakses secara lokal, misalnya asbuton (aspal buton). Asbuton adalah aspal alami dari kabupaten Buton, Sulawesi Tenggara, Indonesia. Asbuton tersimpan dalam jumlah 700 juta ton atau sekitar 80% total cadangan aspal alam dunia (Aunus dan Hasyir, 2021). Tetapi saat ini asbuton masih minim dimanfaatkan, padahal memiliki potensi dan peluang yang sangat besar. Oleh sebab itu, pemerintahan sekarang ini sedang meningkatkan pemanfaatan asbuton agar bisa memanfaatkan sumber daya alam secara optimal (Kafabihu dan Wedyatandji, 2020). Aspal buton diproses dengan cara pemurnian batuan yang berasal dari pulau Buton untuk memisahkan kandungan mineral dan meningkatkan kadar bitumen dari sebesar 13-20% menjadi sekitar 55-60% (Surianti dan Agus, 2021). Sehingga limbah padat asbuton mengandung sumber mineral karbonat dan masih jarang dimanfaatkan (Nuryanto, 2009). Limbah asbuton mengandung CaCO_3 dan MgCO_3 yang cukup tinggi. sehingga, limbah asbuton berpeluang bisa digunakan menjadi produk bernilai lebih seperti *precipitated calcium carbonate* (PCC). Endapan kalsium karbonat (PCC) adalah bahan baku di industri kimia, karet, plastik, pembuatan kertas, pelapis, obat-obatan, pestisida *filler* pada cat dan kertas, agregat pada semen dan sebagai *acid reducer* (Woodal dkk, 2019).

Pemerintah Indonesia sedang berkomitmen dan berupaya menangani permasalahan serius terkait limbah industri yang menjadi dampak signifikan dari era industrialisasi saat ini. Pertumbuhan populasi manusia dan perkembangan

industri yang pesat menyebabkan peningkatan volume limbah yang dihasilkan. Pengelolaan dan pengolahan limbah menjadi suatu perhatian penting di dunia. Oleh karena itu, pengolahan limbah industri menjadi jawaban yang tepat untuk mengurangi limbah industri dan mengubah menjadi produk yang mempunyai nilai tambah. Industri aspal merupakan salah satu dari beberapa industri yang menghasilkan sampah atau limbah berbahaya. Saat ini kebutuhan aspal meningkat mencapai 1,8 miliar ton untuk membangun infrastruktur suatu negara seperti pembangunan jalan, sehingga menghasilkan limbah aspal yang banyak juga. Aspal adalah campuran yang terbuat dari berbagai campuran alami dan mengandung bahan berbahaya, misalnya *polycyclic fragrance hydrocarbons* (PAHs),, selain itu, PAHs mengandung zat karsinogenik yang sangat berbahaya (Nagalli, 2015). Oleh karena itu pembuangan dan pengolahan limbah aspal yang kurang tepat dapat membahayakan lingkungan dan ekosistem disekitarnya.

Kalsium karbonat (CaCO_3) dapat diperoleh dari dua sumber yaitu *precipitated calcium carbonate* (PCC) dan *ground calcium carbonate* (GCC). GCC berasal dari ekstraksi dari bumi, dan terdapat dalam berbagai kuantitas dan bentuk seperti *calcite*, *aragonite*, *vaterite*, batu kapur, kapur, marmer atau *travertine* (Kilic, 2015). Disisi lain, PCC dapat diperoleh dalam tiga kristal yang berbeda bentuk yaitu *calcite* (rhombohedral), *aragonite* (orthorombik), dan *vaterite* (heksagonal) dan terdapat di alam dalam bentuk kapur, batu gamping, marmer, cangkang siput dan cangkang kerang (Liendo, 2022). PCC dapat dicampur atau dibuat dari bahan yang menyimpan kalsium menggunakan beberapa metode, yaitu *solvay*, karbonasi, dan kaustik soda. (Jamarun dkk., 2007). Cara karbonasi mineral dapat dibagi menjadi dua kategori yaitu karbonasi langsung (*direct carbonation*) dan karbonasi tidak langsung (*indirect carbonation*) atau *pH-swing* (Liu dkk., 2021). Pada karbonasi langsung (*direct carbonation*) melibatkan reaksi langsung CO_2 dengan mineral Ca atau Mg-silikat dengan menggunakan tekanan/suhu tinggi, menggunakan partikel yang sangat kecil, dan keterbatasan difusi, sehingga karbonasi langsung membutuhkan biaya yang sangat tinggi serta efisiensi karbonasi yang relatif rendah (Gerdermann dkk., 2007). Selain itu karbonasi langsung juga mengalami kinetika

reaksi yang lambat dan konversi yang rendah serta membutuhkan waktu yang sangat lama (Corey dkk., 2019). Dibandingkan dengan jalur karbonasi tidak langsung terdiri dari dua reaksi berturut-turut, yaitu ekstraksi Ca atau Mg dari mineral dengan menggunakan berbagai bahan kimia dalam suasana asam, dan dilanjutkan dengan karbonasi Ca dan Mg yang diekstraksi dalam kondisi basa. Metode tidak langsung telah menarik banyak perhatian karena sifat kondisi karbonasi yang ringan (menghindari operasi suhu dan tekanan tinggi dalam karbonasi langsung), efisiensi karbonasi yang lebih tinggi, dan produk sampingan yang lebih murni (Liu dkk., 2021).

Emisi karbon adalah gas hasil pembakaran suatu senyawa yang mengandung CO₂, solar, dan LPG yang dilepaskan ke atmosfer bumi (Nugroho dkk., 2022). Emisi gas CO₂ yang tidak dikontrol bisa menyebabkan masalah serius pada iklim global. Sehingga, dibutuhkan berbagai cara untuk mengurangi berapa banyak pelepasan CO₂. Salah satu cara adalah dengan penangkapan dan penyimpanan CO₂ atau *carbon capture storage* (CCS). CCS masih menjadi strategi utama pengurangan emisi CO₂ pada periode saat ini. Diperkirakan teknologi ini akan diterapkan secara luas dalam pembangkit listrik maupun lainnya industri di seluruh dunia dan dapat menyerap lebih dari 7 miliar ton CO₂ setiap tahun pada tahun 2050 (Kramer dan Haigh, 2009). Metode CCS terdiri dari tiga cara yaitu penyimpanan geologis, kelautan dan mineral. Penyimpanan secara geologis dan kelautan cukup berbahaya terhadap lingkungan dan ekosistem. Penyimpanan mineral CO₂ juga dikenal sebagai mineralisasi CO₂ atau karbonasi mineral, yaitu di mana CO₂ direaksikan dengan kalsium atau mineral yang mengandung magnesium sehingga CO₂ dapat tersimpan secara permanen di dalam karbonat stabil (CaCO₃/MgCO₃) (Pandey dkk., 2021). Menurut John dkk. (2022), Cara untuk menghindari perubahan iklim adalah mengurangi pencemaran tropogenik emisi gas CO₂. Selain itu, dalam mengurangi CO₂ yang tersisa membutuhkan konseptualisasi banyak cabang, misalnya, penangkapan dan penggunaan CO₂, interaksi yang menguntungkan antar penggabungan panas, industri, dan penggunaan aset berkelanjutan. Berdasarkan solusi tersebut, Ozekmekci dan Copur (2020)

mengembangkan metode baru berupa sintesis CaCO_3 dan *trimethyl borate* dengan memanfaatkan dan menangkap gas CO_2 dalam reaktor tekanan tinggi. Sehingga produksi PCC dengan material dasar aspal buton dengan metode karbonasi tidak langsung dapat terus dikembangkan.

Berdasarkan uraian diatas, limbah padat ekstraksi asbuton mempunyai kadar mineral kalsium akan diperiksa sebagai material terbaru dalam proses pembuatan *precipitated calcium carbonate* (PCC) menggunakan metode *pH-swing*. Diharapkan dengan adanya temuan penelitian ini, limbah ekstraksi asbuton dapat dimanfaatkan dengan cara agar memiliki nilai jual tinggi, sehingga dapat membantu pemerintah Indonesia dalam mengurangi kerusakan lingkungan akibat sampah.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dapat ditentukan berdasarkan penjelasan latar belakang pada bab sebelumnya adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana proses sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan bahan baku limbah ekstraksi asbuton menggunakan pelarut asam klorida (HCl) dengan metode karbonasi?
2. Bagaimana pengaruh temperatur karbonasi terhadap karakteristik derajat kristalinitas, presentase kristalinitas, ukuran kristal, struktur kristal, nilai *wavenumber*, dan polimorfi yang dihasilkan oleh *precipitated calcium carbonate* (PCC)?
3. Apakah *precipitated calcium carbonate* (PCC) yang dihasilkan sesuai standar industri?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang akan didapatkan oleh penulis adalah sebagai berikut.

1. Mengetahui proses sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan bahan baku limbah ekstraksi asbuton menggunakan asam klorida (HCl) sebagai pelarut dengan metode karbonasi.

2. Mengetahui pengaruh temperatur karbonasi terhadap karakteristik presentase kristalinitas, ukuran kristal, struktur kristal, nilai wavenumber, dan polimorfi yang dihasilkan oleh *precipitated calcium carbonate* (PCC).
3. Mengetahui *precipitated calcium carbonate* (PCC) yang disintesis sesuai standar industri.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian kali ini merupakan bahan baku limbah padat asbuton digunakan untuk sintesis PCC. Limbah padat asbuton direduksi ukuran butirnya dengan *mesh* 100 dan limbah asbuton dilakukan proses kalsinasi dengan suhu sebesar 900°C selama 5 jam menggunakan *furnace chamber*. PCC dibuat dengan mengaduk 17 gram asbuton yang telah dikalsinasi dengan 600 ml asam klorida (HCl) 2M dengan durasi 30 menit menggunakan pengaduk magnet pada kecepatan 1200 rpm dan suhu 60°C. Kemudian hasil campuran ditambahkan natrium hidroksida (NaOH) hingga pH campuran mencapai 11. Selanjutnya, dilakukan pengadukan dengan durasi 10 menit pada kecepatan 1200 rpm dan temperatur 30°C. Campuran tersebut kemudian *\$filter* dengan kertas saring Whatman no. 42. Larutan yang telah tersaring dicampur dengan ammonium bikarbonat sebanyak 300 ml dengan variasi temperature karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C dengan lama 30 menit atau hingga terdapat endapan putih susu. Endapan dan larutan *filter* menggunakan kertas saring whatman no.42.

1.5 Manfaat Penelitian

Beberapa manfaat dari dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Mendapatkan temperatur karbonasi yang optimal dalam pembuatan PCC.
2. Pengelolaan limbah asbuton sebagai bahan baku (PCC) sehingga mampu mengurangi limbah asbuton dan CO₂ serta lebih ramah lingkungan.
3. Memanfaatkan limbah asbuton sehingga memiliki nilai komersial.
4. Menambah literatur mengenai pemanfaatan limbah padat asbuton sebagai bahan baku *precipitated calcium carbonate* (PCC).

1.6 Sistematika Penulisan

Tujuan ditulisnya sistematika adalah untuk memaparkan gambaran garis besar pada setiap bab pada laporan ini. Tata cara penyusunan tugas akhir yang berjudul “Sintesis Dan Karakterisasi Precipitated Calcium Carbonate Dari Limbah Aspal Buton Menggunakan Hydrochloric Acid Dengan Metode Karbonasi Amonium Bikarbonat (NH_4HCO_3)” dibagi menjadi lima bab. Tata cara penulisan laporan adalah sebagai berikut:

Bab I merupakan pendahuluan yang berisi latar belakang pembuatan *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan bahan utama limbah asbuton, rumusan masalah, tujuan penulisan, batasan masalah, manfaat penelitian dan sistematika penulisan.

Bab II merupakan dasar teori yang berisi tentang landasan teori, tinjauan pustaka bersumber dari referensi dan hasil penelitian sebelumnya yang berhubungan dengan asbuton, *precipitated calcium carbonate* (PCC), polimorf PCC, sintesis PCC, *x-ray diffractometer* (XRD), pengujian *fourier transform infra-red* (FTIR), dan pengujian *scanning electron microscope* (SEM).

Bab III metodologi penelitian berisi metode yang digunakan pada penelitian ini, yaitu menjelaskan diagram alir penelitian, kebutuhan alat dan bahan, variabel penelitian, serta prosedur sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) berbahan utama limbah asbuton.

Bab IV adalah hasil dan pembahasan tentang analisis data dan pembahasan dari hasil pengujian *x-ray diffractometer* (XRD), pengujian *fourier transform infra-red* (FTIR), dan pengujian *scanning electron microscope* (SEM).

Bab V merupakan penutup yang berisi kesimpulan dan saran dari penelitian yang telah dilaksanakan.

BAB II

LANDASAN TEORI

2.1 Penelitian Kalsium Karbonat

Mineral yang sangat umum dan melimpah di seluruh dunia adalah kalsium karbonat. Kalsium karbonat adalah senyawa dengan rumus kimia CaCO_3 yang dapat ditemukan dalam jumlah besar di batuan, mutiara, cangkang mikroorganisme, dan telur. (Saulat dkk., 2020). Kalsium karbonat dapat diperoleh dengan dua cara yaitu GCC (kalsium karbonat tanah), yang terjadi secara alami dan diperoleh dengan metode mekanis atau tumbukan, dan PCC (endapan kalsium karbonat), yang diperoleh melalui pengendapan (Apriliani dkk., 2012). Produk yang unik untuk proses karbonasi mineral adalah *precipitated calcium carbonate* (PCC). Produksi PCC melalui jalur karbonasi telah menarik banyak perhatian para peneliti selama bertahun-tahun. Hal ini dikarenakan kemampuan karbonasi yang besar untuk menangkap dan menyimpan sejumlah besar karbon dioksida (Chuajiw dkk., 2014). PCC mempunyai nilai tinggi yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai sektor industri termasuk kertas, tekstil, karet, plastik, cat, kosmetik, *sealant*, pasta gigi, dan makanan (Nessren dkk., 2022).

Proses pembuatan dan karakterisasi PCC telah banyak dilakukan menggunakan bahan serta variabel yang beragam. Peninjauan literatur difokuskan pada sintesis PCC menggunakan metode *pH-swing*. Elenova dkk. (2008) melakukan penelitian sintesis PCC dengan metode karbonasi dengan bahan dasar limbah industri yaitu terak pembuatan baja serta menggunakan asam asetat (CH_3COOH) sebagai asam untuk ekstraksi terak baja. Penelitian tersebut memvariasikan beberapa variabel yaitu pH, suhu, dan tekanan CO_2 . Pada penelitian tersebut juga dibahas mengenai model termodinamika sederhana untuk memverifikasi hasil, kelayakan proses, kebutuhan input energi, dan konsumsi bahan kimia. Berdasarkan penelitian tersebut penambahan NaOH bertujuan untuk meningkatkan pH. Pengendapan CaCO_3 pada suhu 30-70 °C dan tekanan 30 bar kurang signifikan. Perhitungan proses awal menunjukkan bahwa sekitar 4,4 Kg

terak tanur sembur (*blast furnace slag*), 3,6 l asam asetat, 3,5 kg sodium hidroksida diperlukan untuk mengikat 1 Kg CO₂, dan menghasilkan 2,5 Kg kalsium karbonat 90%. Sementara panas yang dibutuhkan untuk penguapan asam asetat diperoleh dari integrasi dengan proses lain.

Azdarpoor dkk. (2017) melakukan penelitian untuk menyelidiki pengaruh suhu karbonasi dan NH₄HCO₃ dengan metode *pH-swing* berbahan dasar *red gypsum*. Awalnya, 2M H₂SO₄ digunakan untuk melarutkan gipsum merah pada suhu 70°C. Kemudian pada tahap kedua ditambahkan NH₄OH untuk menaikan pH dan menghilangkan pengotor. Kemudian digunakan dua sumber karbon dioksida yang berbeda yaitu CO₂ dan NH₄HCO₃. Hasil menunjukkan penggunaan NH₄HCO₃ mampu meningkatkan efisiensi karbonasi dan kemurnian produk. Efisiensi karbonasi optimal pada suhu 75°C dan menurun secara bertahap dengan meningkatnya suhu pada 300°C. Kemurnian maksimum yang dihasilkan sebesar 99,05%.

Wardhani dkk. (2018) melakukan penelitian sintesis endapan kalsium karbonat (PCC) dari *limestone* dengan variabel laju alir gas CO₂ dan temperatur karbonasi. Variasi laju aliran gas CO₂ yang dipakai adalah 0,5, 1,0, 1,5, dan 2 L/menit, dan variasi suhu 50, 80, 100, 150, 200, dan 250 °C. Hasil dari variasi laju alir CO₂ yang optimal adalah 0,5 L/menit dengan *yield* sebesar 6,95%. Suhu karbonasi berpengaruh ke polimorf dan kristalinitas PCC. Spektra FTIR menunjukkan adanya vibrasi C-O dari kristal kalsit, vaterite, dan aragonit berurutan pada *wavenumber* 1419, 1479, dan 1384 cm⁻¹. Kristal kalsit dan vaterit diproduksi pada suhu 50 °C, menurut data XRD dan SEM-EDX, sedangkan campuran kristal kalsit, vaterit, dan aragonit terbentuk pada temperatur 80 °C. Suhu karbonasi yang relative lebih tinggi akan mengubah vaterit dan aragonit menjadi kalsit pada kristalinitas terbaik yang terbentuk pada 250 °C. PCC disintesis memiliki diameter berkisar antara 3,58–38,14 µm yang dibuktikan dengan analisis PSA.

Muljani dkk. (2021) melakukan penelitian tentang transformasi polimorf kalsium karbonat dari beberapa jenis kerang untuk mengetahui penyebab karakteristiknya. Jenis cangkang yang digunakan dalam percobaan ini dipilih

berdasarkan bahan habis pakai dan habitatnya seperti cangkang keong, cangkang kepiting, cangkang telur, cangkang kerang batik, dan cangkang keong emas. Cangkang dikalsinasi pada 900 °C, reaksi dengan HCl, dan karbonasi dengan mengalirkan CO₂ ke dalam reaktor berpengaduk untuk menghasilkan endapan CaCO₃. Karakterisasi CaCO₃ pada suhu karbonasi 30, 50, dan 70 °C menggunakan XRD, FTIR, dan SEM. Hasil menunjukkan polimorf yang terbentuk dari setiap cangkang berbeda dalam bentuk, ukuran, dan kristalinitas. Pada suhu 70 °C, kalsit diperoleh dari cangkang siput, kalsit diperoleh dari cangkang kerang batik, sedangkan kalsit dan rhombohedral multilayer diperoleh (100%) dari keong emas dan kerang. Aragonit diperoleh dari cangkang kerang batik pada suhu 30 dan 70 °C. Vaterit murni (100%) dari cangkang siput dan cangkang kepiting pada 50 °C.

Pusparizkita dkk. (2023) melakukan sintesis dan karakterisasi PCC berbahan utama limbah ekstraksi asbuton dengan metode karbonasi dengan parameter variasi laju alir gas CO₂. Penelitian tersebut bertujuan menggunakan metode *calcination-dissolution-precipitation* (CDP) untuk memulihkan sumber kalsium dari bubuk residu menjadi kalsium karbonat melalui *leaching* dengan garam ammonium dan penguatan tekanan CO₂. Metode penelitian diawali dengan *meshing* 100 limbah asbuton kemudian dilakukan kalsinasi dengan suhu 900 °C selama 5 jam. Selanjutnya hasil kalsinasi dilakukan *leaching* dengan garam ammonium (2M-CH₃COOHNH₄, NH₄Cl, atau NH₄NO₃) pada 60 °C untuk menghasilkan larutan kaya kalsium, selanjutnya larutan tersebut dialiri gas CO₂. Hasil karakterisasi XRD dan FTIR menghasilkan kuantitas tertinggi (>95wt%) dari vaterit dan kalsit. Sementara pengamatan SEM menghasilkan morfologi produk vaterit dengan ukuran <10μm.

2.2 Sumber Kalsium Karbonat

2.2.1 Aspal Buton

Wilayah Buton di Sulawesi Tenggara, Indonesia, merupakan rumah bagi cadangan aspal yang terbentuk secara alami paling melimpah di dunia, yang dikenal dengan Aspal Buton. Cadangan asbuton diperkirakan mencapai 672 juta ton (Rauf

dkk., 2019). Batuan di Pulau Buton sangat beragam jenis dan umurnya dari Mesozoikum hingga Kuarter. Ada dispersi batuan pra-tersier terbesar. di titik paling utara pulau Buton, di sekitar Sungai Mukito dan kawasan Kalisusu. Di wilayah selatan dan tengah Pulau Buton, terumbu karang kapur mendominasi di atas batuan Kuarter.. Secara umum asbuton dapat ditemukan di daerah Lawele dan Kabungka dengan sifat berbeda. Di daerah Kabungka, aspal termasuk ke dalam rekahan batu gamping dengan hasil Analisa kimia yang mengandung CaCO_3 yang cukup tinggi yaitu sekitar 81.62% hingga 85% (Hadiwisastra, 2009). Kabupaten Buton adalah daerah yang terletak di bagian pulau Buton. Kabupaten Buton sendiri terletak secara astronomis berada di antara $5.3^\circ - 5.39^\circ$ LS dan di antara $122.8^\circ - 123.13^\circ$ BT. Lokasi penambangan aspal buton ditunjukkan pada Gambar 2.1 dan cadangan aspal buton ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.1 Lokasi Penambangan Aspal Buton (Hadiwisastra, 2009)



Gambar 2.2 Cadangan Aspal Buton (CNN, 2023)

Buton Granular Asphalt ini, dengan ukuran butiran maksimum 1,16 mm, penetrasi 5 dmm, dan komposisi 20%, dikenal sebagai aspal butir buton. (Suaryana, 2018). Sedangkan aspal di daerah Lawele terletak pada lapisan batu pasir dan batu gamping. Lapisan batu pasir ini memiliki sifat berbutir sangat kasar dan berwarna hitam (Hadiwisastra, 2009). Sedangkan *Lawele Granular Asphalt*, dengan ukuran butiran maksimum 9,4 mm, penetrasi 50 dmm, serta konsentrasi aspal hingga 30%. (Kurniadji, 2010). Komposisi kimia aspal buton dari daerah Kabungka dan daerah Lawele dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi Kimia Aspal Buton Kabungka dan Lawele (Kurniadji, 2010).

Rumus Kimia	Persentase (%)	
	Kabungka	Lawele
CaCO ₃	86.6	72.90
MgCO ₃	1.43	1.28
CaSO ₄	1.11	1.94
CaS	0.36	0.52
H ₂ O	0.99	2.94
SiO ₂	5.64	17.06
Al ₂ O ₃ +FeO ₃	1.52	2.31
Residu	0.96	1.05

Dalam beberapa tahun terakhir, penanganan butiran Buton, asbuton mastik, aspal keras yang dimodifikasi, dan asbuton hasil ekstraksi semuanya dilakukan secara manual atau melalui proses fabrikasi. Namun, karena keterbatasan jumlahnya, produksi aspal cair belum dapat dilakukan. Granular asbuton adalah padatan hasil pengolahan asbuton yang memiliki ukuran butir tertentu apabila dihancurkan dengan *crusher* atau alat penghancur lain yang sesuai. Asbuton merupakan bahan dasar yang digunakan, dengan nilai penetrasi bitumen <10 dmm. Sementara itu, Untuk memanfaatkan kegunaan mineral dalam asbuton sebagai bahan pengisi atau *filler*, dapat dilakukan ekstraksi asbuton secara keseluruhan untuk menghasilkan aspal murni asbuton, konsentrasi bitumen tertentu dicapai

dengan proses secara ekstraksi. Bahan dasar asbuton ekstraksi dapat berupa aspal buton dengan nilai penetrasi tinggi maupun rendah. Bahan pelarut yang digunakan adalah algosol, kerosin naptha, H_2SO_4 , dan normal heptan (Kurniadji, 2010).

Dalam pemanfaatannya, asbuton memiliki peran ganda dalam penggunaannya, baik sebagai aditif maupun pengganti aspal minyak. (Suaryana, 2018). Fungsi asbuton sebagai tambahan adalah meningkatkan mutu aspal, oli, atau campuran aspal minyak. Terdapat beberapa penelitian tentang asbuton sebagai material tambah, diantaranya adalah Setiawan dan Rahman (2011) melakukan penelitian penambahan pada campuran AC-BC, dimana penambahan tersebut memberikan asbuton butir dampak positif yaitu mampu meningkatkan nilai kestabilan, fleksibel, dan durabilitas atau ketahanan campuran. Penambahan asbuton sebagai bahan penstabil dan aditif pada campuran Aspal Matrik Batu mengungguli penggunaan bahan penstabil SMA yang berasal dari serat selulosa dan aspal minyak pen 60 (Suaryana, 2016). Sementara itu, Karami (2017) memanfaatkan asbuton sebagai bahan tambah pada aspal AC-WC campuran yang mempunyai kestabilan lebih baik, sehingga durabilitas AC-WC terhadap perubahan permanen menjadi lebih baik, akan tetapi semakin tinggi presentase asbuton yang ditambahkan melewati titik optimal, stabilitas AC-WC menjadi semakin rendah. Sedangkan pemanfaatan asbuton sebagai pengganti aspal minyak dilakukan oleh Randelabi dkk., (2020), dimana asbuton digunakan sebagai bahan pengganti aspal minyak pada campuran HRS-*base*. Penggunaan ini telah memenuhi Spesifikasi Umum Bina Marga 2018.

2.2.2 Karbon Dioksida

CO_2 adalah sumber utama penyebab terjadinya pemanasan global dan perubahan iklim yang serius, dimana emisi global berasal dari pembakaran energi dan proses industri yang meningkat hingga 36,3 GT pada tahun 2021 (IEA, 2021). Satu dari banyak cara yang dapat diterapkan untuk mengurangi kadar karbon dioksida di udara adalah memanfaatkan karbon dioksida dalam jangka pendek hingga menengah. Pemanfaatan CO_2 ini dapat berupa mengubah gas CO_2 yang

ditangkap menjadi produk memiliki nilai lebih seperti bahan bakar, bahan kimia, dan mineral atau menggunakannya untuk bisnis seperti *enhanced oil recovery* (EOR). Pemanfaatan karbon dioksida dapat diklasifikasikan menjadi tiga teknologi yaitu teknologi fase demonstrasi, fase perkembangan dengan reduksi skala besar, dan fase perkembangan dengan reduksi skala kecil. Pada fase teknologi demonstrasi, terdapat empat pemanfaatan karbon dioksida yaitu sintesis methanol, sintesis polimer, sisntesis urea dan karbonasi mineral. Fase perkembangan dengan reduksi skala besar, karbondiosida dapat dimanfaatkan menjadi karbon monoksida, lampu olefin (*lights olefins*), *aromatic compounds*, dan bahan bakar. Sementara itu, fase perkembangan dengan reduksi skala kecil pemanfaatan karbon dioksida berupa asam formik, asam asetat, dan material karbon (Kim dkk., 2022).

Teknologi karbonasi mineral dapat memproduksi mineral berbahan karbon dengan mereaksikan CO₂ dengan produk sampingan anorganik yang dapat dikembangkan secara industri. Produk utama dari karbonasi mineral yaitu kalsium karbonat (CaCO₃) dan magnesium karbonat (MgCO₃). Karbonasi mineral dibagi menjadi karbonasi langsung dan karbonasi tidak langsung. Karbonasi langsung adalah proses meniru seperti proses karbonasi mineral secara alami, dimana CO₂ secara langsung disuntikkan ke dalam formasi geologi, panas dan tekanan yang diterapkan bertujuan untuk mempercepat pelapukan. Karbonasi mineral tidak langsung terdiri dari proses ekstraksi, dimana kalsium atau magnesium di ekstraksi dalam kondisi asam. Meskipun memerlukan proses tambahan, karbonasi tidak langsung memerlukan kondisi karbonasi yang lebih ringan dan efisiensi karbonasi yang lebih tinggi, dibanding karbonasi langsung (Liu dkk., 2021).

2.2.3 *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*

Precipitated calcium carbonate berasal dari batuan karbonat. Karbonat tersusun dari partikel (komposisi >50% mineral karbonat) yang tertanam dalam semen atau batuan klasitik. Sebagian besar batuan karbonat dihasilkan dari akumulasi bioklastik yang dibuat oleh organisme berkapur. Batuan karbonat pada umumnya terbentuk di daerah yang mendukung aktivitas biologis, seperti di laut

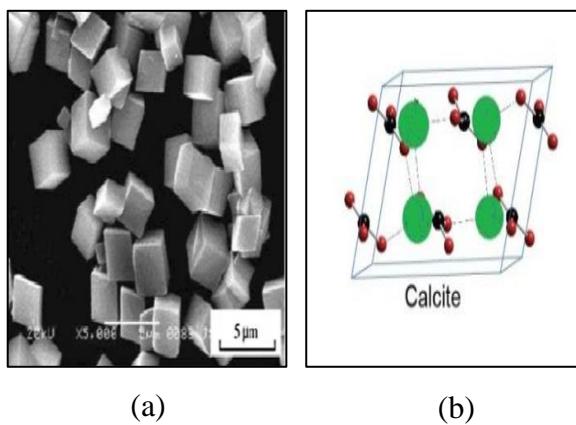
yang dangkal dan hangat, di daerah dengan sedikit atau tanpa masukan silisiklastik (Bucher dan Grapes, 2011). Batuan karbonat biasanya terdapat dalam bentuk batu gamping, marmer, *travertine*, apur, *coquina*, tufa, stalaktit dan stalagmit di Kawasan batuan gamping. Belakangan ini, batuan karbonat banyak digunakan untuk industri PCC. PCC terbuat dari nano partikel halus dan sangat halus yang disintesis baik oleh proses karbonasi atau larutan setelah kalsinasi dan reaksi hidrasi batuan karbonat (Arai dan Yasue, 1990). Batuan karbonat telah digunakan dalam industri semen dan teknik konstruksi selama beberapa tahun dalam bentuk *ground calcium carbonate* (GCC). PCC dan GCC memiliki komposisi kimia yang sama. Namun PCC lebih murni dan lebih rendah mengandung silika, magnesium, dan timah (Jimoh dkk., 2016). Dengan karakteristik tersebut, penggunaan PCC dalam dunia industri menjadi semakin bervariasi, seperti industri pada karet, cat, plastik, pasta gigi, aditif pada industri kertas dan sebagainya (Elfina dan Renedi, 2019).

1. Polimorf PCC

PCC secara alami mengandung kristal polimorfik seperti kalsit, aragonit, dan vaterit. (Berger dkk., 2009). Ketiga fase kristal PCC tersebut memiliki struktur dan morfologi yang berbeda. Kalsit adalah bentuk kristal yang paling stabil dengan struktur rombohedral, sedangkan aragonit mempunyai kristal metastabil dengan struktur ortorombik, dan vaterit merupakan bentuk kristal yang paling tidak stabil diantara polimorfi tersebut serta memiliki struktur heksagonal (Liendo dkk., 2022). Bentuk polimorf dan morfologi dari PCC sangat bergantung pada variabel yang digunakan pada saat sintesis, seperti temperatur (Kawano dkk., 2009), konsentrasi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Frikha dkk., 2005), laju alir CO_2 (Ding dkk., 2018), dan pengadukan (Liendo dkk., 2021). Selain itu, penambahan senyawa aditif anorganik dengan gugus -OH dan COOH bisa mengontrol polimorf PCC (Jimoh dkk., 2018)

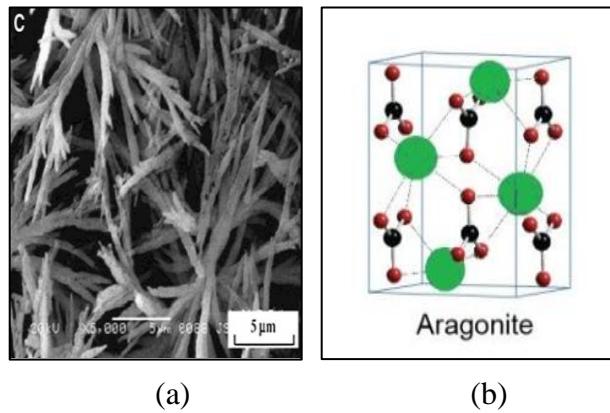
Kalsit merupakan polimorf atau kristal CaCO_3 paling stabil terhadap suhu berapa pun (Ding dkk., 2018). Selain itu, kalsit juga mudah disintesis melalui rute karbonasi tanpa aditif, kondisi suhu, dan tekanan tertentu (Boyjoo dkk., 2014). Meskipun demikian, bentuk dan ukuran partikel ini dapat disesuaikan untuk

aplikasi tertentu dengan mengatur parameter operasi. Telah banyak pekerjaan yang dilakukan untuk mengontrol morfologi untuk menghindari pembentukan kalsit metastabil (Cosentino dkk., 2019). Ketika diamati menggunakan SEM, polimorf kalsit teridentifikasi berbentuk kristal rombohedral (Jimoh dkk., 2018). Bentuk morfologi dan kristal kalsit ditunjukkan pada Gambar 2.3.



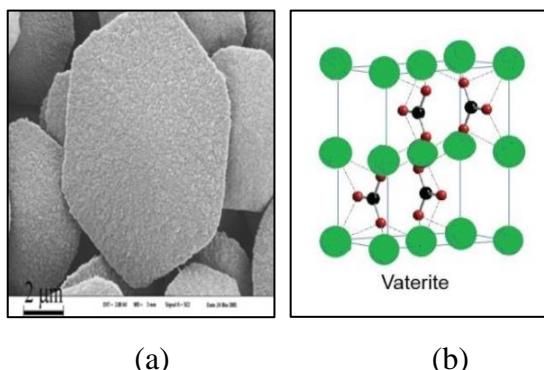
Gambar 2.3 (a) Morfologi dan (b) Bentuk Kristal Kalsit (Dizaj dkk., 2015; Jimoh dkk., 2018)

Kristal aragonit bersifat metastabil tetapi sedikit lebih stabil dari pada vaterit. Aragonit umumnya memiliki struktur yang berbentuk seperti jarum. Selain itu, terdapat morfologi aragonit lain dalam sintesis PCC seperti piramida, berlapis-lapis, hubbard, pseudoheksagonal dan dendrit. Hal tersebut bergantung pada parameter atau variabel sintesis (Liendo dkk., 2022). Proses sintesis precipitated calcium carbonat (PCC) untuk memperoleh kristal aragonit dapat dicapai dengan pengaturan seperti penambahan Mg^{2+} , suhu tinggi, dan pH rendah (Liendo dkk., 2022). Indeks bias rata-ratanya sedikit lebih besar dari kalsit, sehingga lebih disukai sebagai bahan pengisi atau *filler* dari pada kalsit. Aplikasi aragonit dalam dunia industri seperti sebagai pengisi pada karet, kertas dan plastik. Selain itu aragonit juga dimanfaatkan dalam bidang kesehatan seperti untuk pengobatan regeneratif. Bentuk morfologi dan kristal kalsit ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 (a) Morfologi dan .(b) Bentuk Kristal Aragonit (Dizaj dkk., 2015; Jimoh dkk., 2018)

Vaterit adalah bentuk kristal kalsium karbonat yang paling tidak stabil secara termodinamika. Dibawah standar normal dan kondisi geologi, vaterit akan mengalami perubahan menjadi kalsit sampai vaterit benar-benar hilang (Addadi dkk., 2003; Leeuw dan Parker, 1998). Vaterit mudah terbentuk pada saturasi tinggi, tetapi bersifat metastabil dan sekali terbentuk serta dapat berubah menjadi aragonit atau kalsit. Namun beberapa aplikasi CaCO_3 , dimana vaterit lebih disukai dari pada kristal lainnya karena porositas dan morfologi yang dapat disetel (Svenskaya dkk., 2018). Partikel vaterit tidak menunjukkan morfologi yang berbeda dan biasanya mengelompok menjadi partikel bulat yang terdefinisi dengan baik (Xu dkk., 2006). Bentuk morfologi dan kristal kalsit ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 (a) Morfologi dan (b) Bentuk Kristal Vaterit (Dizaj dkk., 2015; Jimoh dkk., 2018)

Pembentukan morfologi yang berbeda dapat dilakukan dengan memvariasikan parameter operasi, seperti yang ditampilkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Kondisi Pembentukan Polimorf PCC (Liendo dkk., 2022).

Polimorf	Stabilitas	Kondisi Pembentukan
Kalsit	Paling stabil	pH dan kejemuhan tinggi
Aragonit	Meta stabil	Penambahan Mg^{2+} , suhu tinggi, pH rendah
Vaterit	Paling tidak stabil	Penambahan NH_4^+ , kejemuhan dan pH rendah

2. Metode Sintesis PCC

Precipitated calcium carbonate (PCC) saat ini bisa diproduksi melalui tiga metode yang berbeda yaitu metode kaustik soda (*lime soda*), metode kalsium klorida (*double decomposition*), dan metode karbonasi (*carbonation*) (Teir dkk., 2005).

a. Metode Kaustik Soda (*lime soda process*)

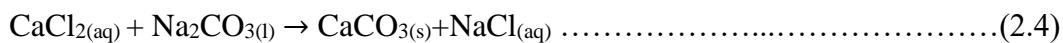
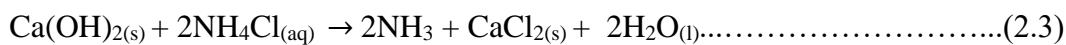
Pada metode ini, sumber kalsium karbonat dikalsinasi terlebih dahulu sehingga membentuk kalsium oksida (CaO), selanjutnya kalsium oksida (CaO) dihidrasi hingga menjadi kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Selanjutnya kalsium hidroksida direaksikan menggunakan natrium karbonat (Na_2CO_3) dengan demikian membentuk kalsium karbonat. Tetapi metode ini mempunyai kelemahan yaitu Karena PCC yang didapatkan dibatasi oleh kemampuan larut $\text{Ca}(\text{OH})_2$, maka relatif rendah. (Brady dkk., 2009; Jamarun dan Arief, 2005). Proses kaustik soda dapat ditunjukkan pada persamaan rekasi kimia berikut.



Mekanisme tersebut biasanya diaplikasikan oleh pabrik alkali, dengan tujuan untuk memperoleh kembali natrium hidroksida (NaOH), dan PCC kasar yang dihasilkan hanya produk sampingan yang tidak bisa digunakan.

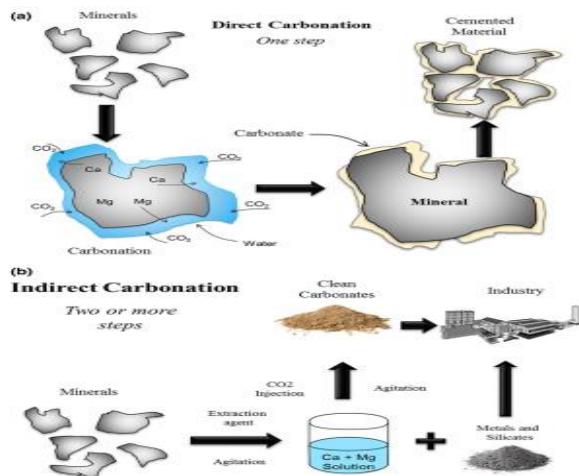
b. Metode Kalsium Klorida (*double decomposition process*)

Pada metode ini, kalsium hidroksida (Ca(OH)_2) direaksikan dengan ammonium klorida (NH_4Cl), sehingga membentuk gas ammonia (NH_3) dan kalsium klorida (CaCl_2). Kemudian proses pemurnian, larutan tersebut dicampurkan dengan natrium karbonat (Na_2CO_3) agar membentuk endapan atau presipitasi kalsium karbonat (CaCO_3) dan natrium klorida (NaCl). Dibandingankan dengan proses lainnya, proses ini merupakan yang paling sederhana. Tetapi harus membutuhkan sumber kalsium klorida dengan harga rendah supaya lebih ekonomis. Dibandingkan dengan PCC yang diproduksi dengan proses karbonasi, metode solvay mengandung beberapa pengotor seperti magnesium klorida dan natrium klorida. Tetapi metode solvay membutuhkan modal yang relative lebih rendah atau lebih ekonomis daripada menggunakan metode karbonasi (Hannu dkk., 2014). Proses kalsium klorida atau solvay dapat dijelaskan pada persamaan reaksi kimia berikut.



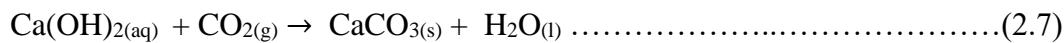
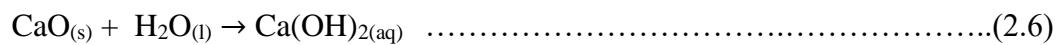
c. Karbonasi (*carbonation process*)

Karbonasi mineral dapat diproses secara *in situ* atau *ex situ*. GCS digunakan untuk karbonasi *in situ*. Karbonasi *ex situ* adalah karbonasi dari bijih alami atau basa residu yang dilakukan di pabrik pengolahan kimia. Karbonasi *ex situ* bisa dilakukan menggunakan dua cara seperti karbonasi langsung dan karbonasi tidak langsung. Karbonasi secara langsung melibatkan satu langkah mekanisme reaksi dimana CO₂ bereaksi dengan senyawa reaktif dan membentuk karbonat. Sementara itu, karbonasi tidak langsung adalah senyawa reaktif pertama kali diekstraksi dari mineral menggunakan asam atau basa. Selanjutnya CO₂ dimasukkan ke dalam larutan yang menyebabkan pembuburan CO₂ dalam larutan dan reaksi dengan logam ion membentuk bentuk murni logam karbonat (Reddy dkk., 2019). Untuk lebih jelasnya skema proses karbonasi langsung dan tidak langsung bisa dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema. Proses Karbonasi Langsung dan Tidak Langsung (Reddy dkk., 2019)

Proses ini diawali dengan sumber kalsium karbonat yang telah dihaluskan dengan ukuran tertentu dan dilakukan kalsinasi pada suhu sekitar 1000°C untuk menghilangkan zat pengotor dan mendapatkan kalsium oksida (CaO). Selanjutnya kalsium oksida dilakukan proses *slaking* pada air dengan suhu 30°C-50°C sehingga menghasilkan kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Kemudian kalsium hidroksida disaring terlebih dahulu sebelum melakukan karbonasi untuk memisahkan residu dari material sumber kalsium karbonat. Setelah penyaringan, kalsium hidroksida diinjeksi dengan gas CO_2 pada tabung reaksi sehingga menghasilkan endapan putih susu atau kalsium karbonat (CaCO_3). Proses karbonasi dapat dijelaskan pada persamaan reaksi kimia berikut.



Beberapa variabel, termasuk suhu karbonasi, tekanan CO₂, kecepatan alir CO₂, konsentrasi *slurry* (bubur), dan kecepatan pengadukan, dapat digunakan untuk mengontrol karakteristik produk PCC seperti dimensi, distribusi dimensi, bentuk, dan perubahan sifat morfologi partikel PCC. Perbandingan dari ketiga proses sintesis PCC dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.3 Perbandingan Proses Pembuatan PCC (Hannu dkk., 2014).

Proses	Material Mentah	Produk	Keterangan
Kaustik soda	Ca(OH) ₂ dan Na ₂ CO ₃	NaOH dan CaCO ₃	Digunakan secara luas untuk produksi NaOH dan kualitas CaCO ₃ buruk.
Solvay	NaCl dan CaCO ₃	Na ₂ CO ₃ dan CaCl ₂	CaCO ₃ sebagai produk sampingan sedangkan <i>gypsum</i> dan NaCl sebagai pengotor.
Karbonasi	<i>Limestone</i> dan air	PCC	Metode produksi PCC yang paling umum dan sederhana, menggunakan perlakuan suhu tinggi, dan energi yang intensif

3. Aplikasi PCC

Precipitated calcium carbonate (PCC) mempunyai berbagai macam manfaat sesuai dengan polimorfisme, karena masing-masing polimorf memiliki sifat dan karakteristik yang berbeda (Liendo dkk., 2022). Pada PCC setiap polimorf memiliki kegunaan dan penerapan yang berbeda. PCC bisa digunakan di berbagai industri, termasuk bangunan, kosmetik, dan perawatan kesehatan. Aplikasi dari PCC sesuai dengan polimorf ditunjukkan pada Tabel 2.5.

Tabel 2.4 Aplikasi PCC Sesuai dengan Polimorf.

Polimorf	Kondisi Operasi	Aplikasi
Kalsit	pH tinggi dan supersaturasi	<ul style="list-style-type: none"> • Perawatan pribadi (Hannig dan Hannig, 2012; Ma dkk., 2017) • Aplikasi <i>biomedical</i> (Ulkerildiz dkk., 2017; LI dkk., 2020) • <i>Filler</i> (Consentino dkk., 2019; Palanikumar dkk., 2019)
Polimorf	Kondisi Operasi	Aplikasi

Aragonit	Menggunakan Mg^{2+} sebagai aditif, suhu tinggi dan pH rendah	<ul style="list-style-type: none"> Pengobatan Regeneratif (Akilal dkk., 2019; Rupani dkk., 2012) Pembuatan kertas (Hu dkk., 2009) <i>Filler</i> dalam karet dan plastik (Park dkk., 2008; Shang dkk., 2000)
Vaterit	Menggunakan NH_4^+ sebagai aditif, supersaturasi dan pH yang rendah	<ul style="list-style-type: none"> Perawatan Pribadi (Trushina dkk., 2014; Devenney dkk., 2015) Aplikasi <i>biomedical</i> (Nakamura dkk., 2013; Bukreeva 2011) Pengisi dalam bahan semen (Cammileti dkk., 2013; Hargis dkk., 2014)

2.2.4 Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate*

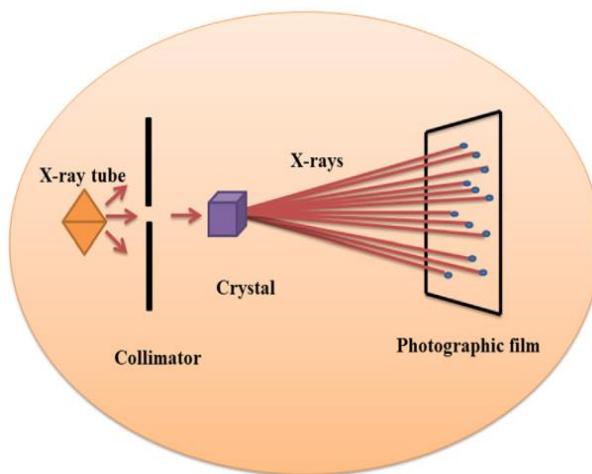
Terdapat beberapa pengujian karakterisasi untuk mengetahui karakteristik dan kandungan mineral dari material PCC. Pengujian yang paling umum digunakan untuk karakterisasi *precipitated calcium carbonate* adalah *x ray diffraction* (XRD), *scanning electron microscope* (SEM) dan *fourier transform infra-red* (FTIR).

1. *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-ray diffraction (XRD) adalah cara yang tidak merusak (*non-destructive*) untuk menguji bahan kristal. XRD sendiri menghasilkan informasi struktur, fasa, orientasi kristal (tekstur), rata-rata dimensi butir, kristalinitas, regangan, dan cacat pada kristal. Tetapi untuk mendapatkan informasi tersebut harus dilakukan pengolahan data terlebih dahulu mennggunakan *software* dan metode tertentu. *Software* dan metode yang umum digunakan adalah *software* OriginPro dan metode *Rietveld*. Metode *Rietveld* adalah metode perhitungan secara kuantitatif untuk menentukan model struktur pada kristal dari difraktogram yang dihasilkan material. XRD saat ini menjadi alat yang populer untuk mempelajari struktur kristal dan jarak atom. Interferensi konstruktif sinar-X monokromatik dan sampel kristal adalah dasar untuk difraksi sinar-X. (Bunaciu dkk., 2015). XRD bekerja dengan cara

mendifraksikan sinar-X yang dihasilkan oleh atom-atom dalam kristal zat yang dipelajari dalam serangkaian langkah. Akibatnya, banyak sudut muncul, dan pola difraksi yang dihasilkan mencerminkan karakterisasi zat yang dipelajari. (Krisnawan, 2009).

XRD memiliki beberapa unsur utama yaitu sumber *beam source*, *sole slit*, *divergent slit*, *sample holder*, penyaring, monokromator serta *detector*. XRD yang dipakai menggunakan defraktometer *PANalytical Aeris* menggunakan radiasi Cu K α , 1.54Å; 40 kV dan 40 mA. Sampel yang digunakan sebanyak 2 miligram yang ditempatkan pada wadah berukuran 2x2 cm. Menggunakan kecepatan baca 4°/menit, sudut mula diukur pada 10° dan sudut akhir diambil pada 90° (Venkatesan dan Kim, 2010). Sumber sinar-X, material uji, dan detektor merupakan bagian penting dari alat karakterisasi XRD. Sumber sinar-X dalam tabung sinar-X dikenai tumbukan bertegangan tinggi untuk mempercepat elektron pada logam target dan menghasilkan gelombang panjang dengan panjang gelombang berkisar antara 0,1 hingga 100×10^{-10} m. Kristal halus atau padatan harus digunakan sebagai bahan uji. Detektor mengukur sudut sinar-X yang telah dilepaskan pada bahan uji. (Krisnawan, 2009). Skema prinsip atau cara kerja XRD ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Skema Prinsip.Kerja XRD (Titus dkk., 2019)

Informasi mengenai struktur kristal mineral sangat penting untuk mengetahui pemanfaatan mineral yang efisien dalam aplikasi dunia nyata. Parameter penting yang diperlukan untuk mengidentifikasi struktur kristal yaitu jumlah atom per satuan sel, nomor koordinasi, faktor pengelipatan atom, parameter kisi, dan titik kisi atom dalam sel satuan struktur kristal. XRD membantu mengumpulkan informasi tersebut, yang kemudian digunakan untuk identifikasi struktur kristal. Ketika jumlah indeks miller (yaitu $h+k+l$) difraksi utama sama dengan nomor, struktur kristal mineral dianggap memiliki struktur BCC. Sementara itu, Ketika semua indeks miller (h,k,l) semua bidang difraksi bermomor genap atau ganjil, struktur kristal dianggap sebagai FCC. Cara XRD menentukan ukuran kristal adalah dengan penurunan ukuran kristal pada peningkatan lebar difraksi (Ali dkk., 2022). Kelebihan dan kekurangan XRD dilihat pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Kelebihan dan Kekurangan XRD (Physic, 2022).

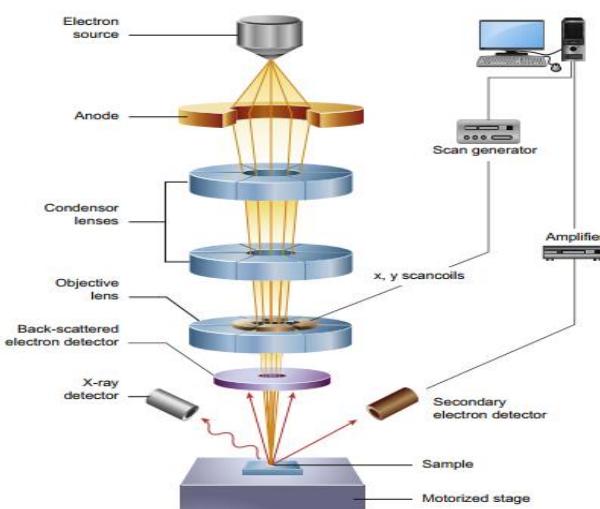
Kelebihan	Kekurangan
Teknik yang kuat dan cepat untuk mengidentifikasi mineral yang belum diketahui	Diharuskan mempunyai akses ke file referensi standar senyawa anorganik
Dalam kasus yang umum, ini memberikan penentuan mineral yang jelas	Sebagai bahan campuran, maka batas deteksi mendekati 2% sampel.
Interpretasi data relative bersifat langsung	Untuk menentukan sel satuan, proses pengindeksan pada pola untuk sistem kristal tidak isometrik rumit
<i>Non destructive</i>	<i>Overlay</i> puncak bisa terjadi dan memperburuk pada pantulan sudut tinggi.

2. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

SEM merupakan bentuk mikroskop elektron yang menangkap gambar sampel uji dengan pemindainya dengan berkas *high energy electrons* untuk

pemindaian raster polar. Resolusi elektron lebih besar daripada cahaya. Cahaya memiliki panjang gelombang hanya 200 nm, tetapi elektron memiliki presisi hingga 0.1- 0.2 nm. Elektron berinteraksi dengan atom, menghasilkan keluaran sinyal yang membawa informasi tentang spesimen. (Wijayanto dan Bayuseno, 2013). SEM mampu menghasilkan informasi topografi permukaan, struktur kristal, komposisi kimia, serta perilaku listrik $1\mu\text{m}$ atau lebih dari suatu spesimen (Vernon-Parry, 2000). Hasil atau *output* dari SEM berupa foto seperti menggunakan mikroskop, tetapi dengan perbesaran yang lebih tinggi. Foto morfologi permukaan yang didapatkan menunjukkan morfologi semua tonjolan, lekukan, dan lubang permukaan (Murali dkk., 2017).

SEM menggunakan prinsip kerja pantulan elektron. *Electron gun* terdapat di dalam alat SEM yang berfungsi untuk menembakan elektron kearah material uji. Ada filamen dalam meriam elektron ini yang bermanfaat bagi katoda. Arus listrik dikirim melalui filamen ini, menghasilkan cahaya dan awan elektron di sekitarnya. Anoda berlubang ditempatkan di dekat filamen agar elektron dapat ditembakkan. Selanjutnya, anoda di bawahnya akan menarik muatan elektron negatif, yang selanjutnya akan ditembakkan melalui lubang anoda. Untuk mengontrol kecepatan elektron, tegangan (tegangan percepatan) antara anoda dan katoda disesuaikan. Diagram skematik SEM dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Diagram Skematik SEM (Inkson, 2016)

SEM mempunyai berbagai aplikasi dalam sejumlah bidang ilmiah dan terkait bidang industri, terutama pada karakterisasi bahan padat. Selain topografi, morfologi dan informasi komposisi, pemindaian SEM juga dapat mendeteksi serta menganalisis permukaan patahan, memberikan informasi dalam struktur ukuran mikro, memeriksa permukaan terkontaminasi, menyelesaikan variasi spasial komposisi kimia, analisis kimia secara kualitatif, serta identifikasi struktur kristal. Sehingga SEM menjadi penting dalam bidang penelitian seperti ilmu biologi, kedokteran dan metallurgi (Choudhary dan Priyanka, 2017). Kelebihan dan kelemahan SEM ditunjukkan pada Tabel 2.6.

Tabel 2.6 Kelebihan dan Kelmahan SEM (Choudhary dan Priyanka, 2017).

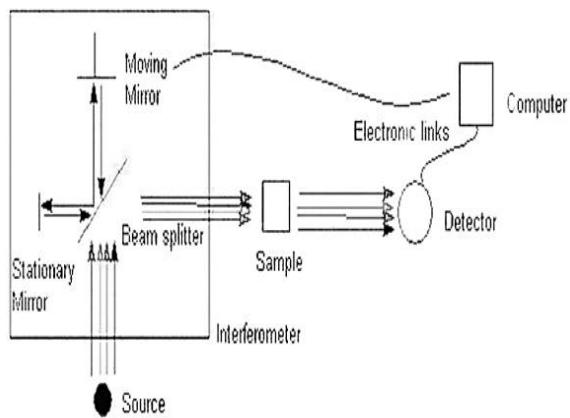
Kelebihan	Kelemahan
Mampu melihat spesimen hingga perbesaran 1.000.000 kali	Memerlukan kondisi vakum
Mudah dan cepat dioperasikan	Hanya menganalisa permukaan spesimen dan benda padat
Mampu menghasilkan data dalam bentuk digital	Biaya dan ukuran SEM yang besar

3. *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

Fourier transform infra-red (FTIR) berfungsi untuk menganalisis bahan organik, anorganik, serta polimer menggunakan sinar IR untuk pemindaian material. Perubahan dalam sifat pola pita serapan jelas menunjukkan adanya perubahan komposisi bahan. FTIR sendiri berguna dalam identifikasi dan karakterisasi material yang belum diketahui, mendeteksi adanya kontaminan dalam suatu material, mengidentifikasi zat aditif, serta menganalisis dekomposisi dan oksidasi (Titus dkk., 2019). Kemunculan FTIR spektrometri dilatarbelakangi oleh adanya keterbatasan instrumen dispersif. Prosedur pemindaian metode dispersif, yang sangat lamban, merupakan kelemahan. Maka, sebuah interferometer instrumen optik yang sangat mendasar diciptakan. Frekuensi inframerah dikodekan

menjadi jenis sinyal khusus yang dihasilkan interferometer. Sangat cepat, sinyal dapat diukur, sehingga analisis dapat diselesaikan lebih cepat (Meliana, 2020).

Cara kerja *fourier transform infra-red* adalah ketika sampel diidentifikasi berupa molekul atau atom. Sinar IR berfungsi sebagai sumber cahaya yang dibagi menjadi dua sinar untuk melewati komparator dan sampel. Kemudian secara berbarengan dengan *chopper*. Sinar akan melewati prisma dan kisi-kisi sebelum mendarat di detektor dan diubah menjadi sinyal listrik, yang kemudian akan direkam oleh perekam. Apabila sinyal keluaran terlalu lemah, diperlukan penguatan. (Pambudi dkk., 2017). Terdapat tiga bagian dasar spektrometer infra merah yaitu sumber radiasi, interferometer, dan *detector*. Interferometer membagi sinar pancaran dan menghasilkan perbedaan jalur optik antara sinar, dan menghasilkan interferensi sinyal diukur sebagai fungsi dari perbedaan jalur optik dan *detector*. Interferometer menghasilkan sinyal interferensi yang memuat informasi spektral IR yang dihasilkan ketika melewati sampel. *Detector* dalam *spectrometer FTIR* secara terus menerus memantau rentang bilangan gelombang penuh dari radiasi yang dipancarkan oleh sumber IR (Dutta, 2017). Diagram skematik FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Diagram Skematik FTIR (Dutta, 2017)

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui fase kristalit PCC (kalsit, aragonit, dan vaterit) karena setiap fase menunjukkan karakteristik pita serapan

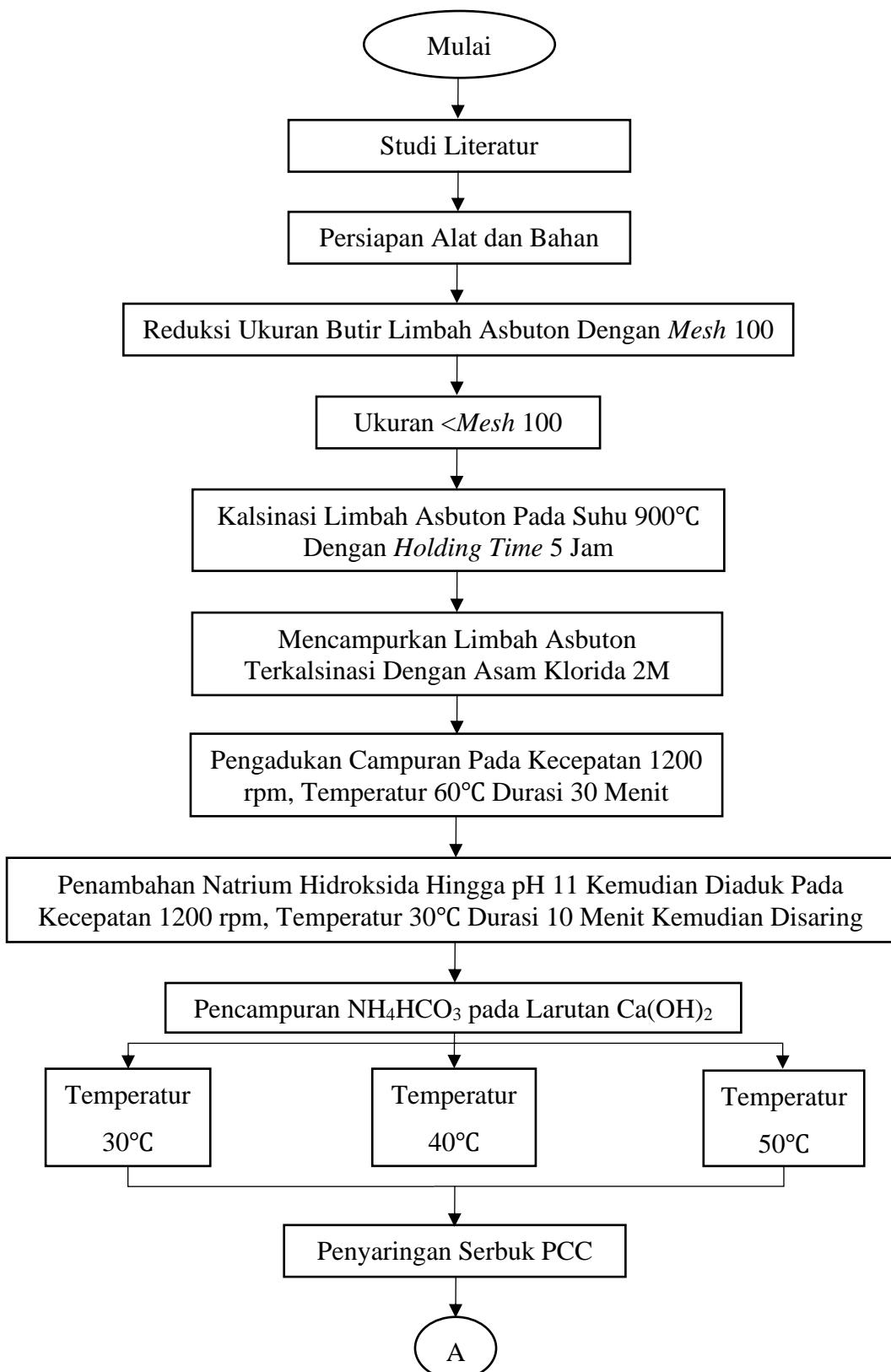
dalam spektrum inframerahnya (Perez-Villarejo dkk., 2018). Pita penyerapan oleh polimorf kalsit terjadi pada interval 713 cm^{-1} , untuk aragonit terjadi pada interval 700 cm^{-1} dan 713 cm^{-1} , dan vaterit terjadi pada interval 745 cm^{-1} (Vegenas dkk., 2003). Pada PCC terdapat 3 gugus fungsi yang diamati menggunakan FTIR yaitu gugus fungsi O-H, gugus fungsi Ca-O, dan gugus fungsi C-O. Jenis ikatan gugus O-H berada pada interval 3600 cm^{-1} hingga 3400 cm^{-1} (Suarsa, 2016). Pada ikatan gugus Ca-O berada pada interval 900 cm^{-1} hingga 700 cm^{-1} (Al Omari dkk., 2016), sedangkan jenis gugus C-O berada pada interval 1500 cm^{-1} hingga 1400 cm^{-1} (Berzina-Cimdina dan Borodajenco, 2012).

BAB III

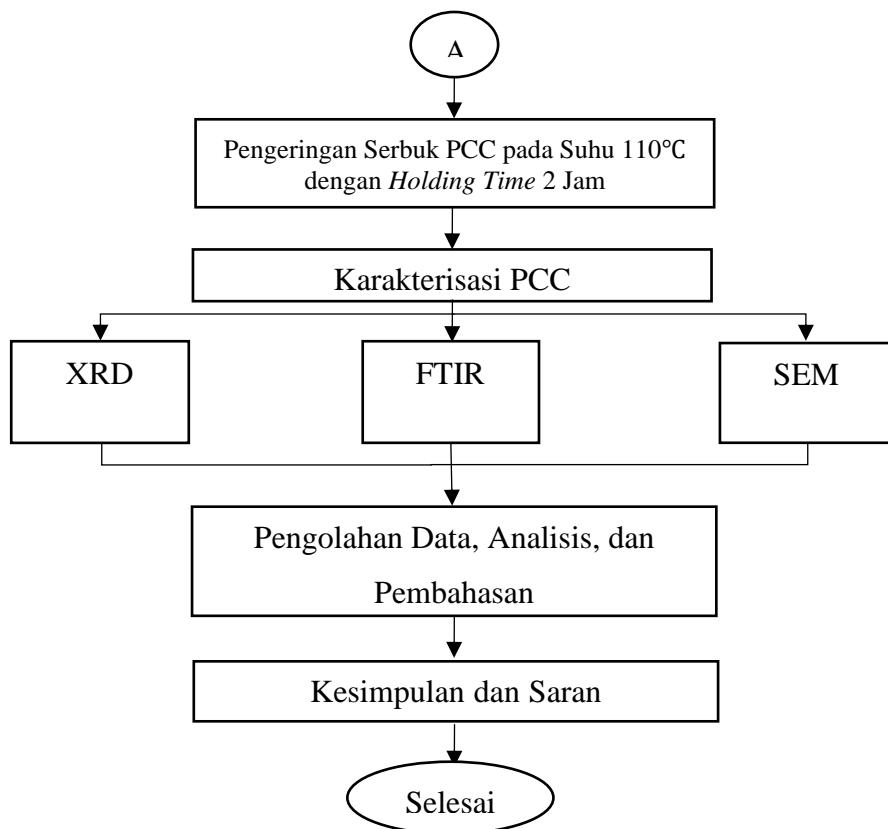
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini diawali dengan mempersiapkan bahan utama berupa limbah ekstraksi asbuton. Limbah ekstraksi kemudian dihaluskan, selanjutnya disaring dengan *mesh* 100. Limbah asbuton dengan diameter *mesh* 100 dikalsinasi pada suhu 900°C, dengan laju pemanasan dan pendinginan 7,2°C/menit dan durasi *holding* 5 jam. Langkah selanjutnya adalah sintesis. Metode sintesis diawali dengan mereaksikan hasil kalsinasi dengan 600 ml larutan asam klorida (HCl), kemudian diaduk dengan durasi 30 menit pada kecepatan 1200 rpm pada temperatur 60°C menggunakan pengaduk magnet. Berdasarkan Ahn dkk., (2005), penambahan HNO₃ dapat memperbesar kemampuan larutnya ion di dalam Ca(OH)₂. Campurkan hasil kalsinasi asbuton dengan asam klorida, kemudian tambahkan dengan larutan natrium hidroksida (NaOH) hingga mencapai pH 11 sampai 12, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan pada 1200 rpm, 30 °C, dan durasi 10 menit. Filtrat kemudian disaring dengan vakum menggunakan tabung erlenmeyer. Cairan yang telah disaring dikarbonasi selama 30 menit dengan menuangkan amonium bikarbonat (NH₄HCO₃) pada variasi suhu karbonasi 30 °C, 40 °C, dan 50 °C. Larutan endapan disaring menggunakan pompa vakum, dan diperoleh endapan bubuk kalsium karbonat (CaCO₃) berwarna putih susu. Setelah itu serbuk dibilas dengan akuades hingga mencapai pH larutan yang stabil. Kemudian dikeringkan di dalam oven pada temperatur 110 °C dengan durasi 2 jam untuk menghilangkan kandungan airnya. PCC diuji dengan XRD, SEM, dan FTIR. Metodologi penelitian dapat ditunjukkan melalui diagram alir pada Gambar 3.1 dan Gambar 3.2.



Gambar 3.1 Diagram/Alir/Penelitian



Gambar 3.2 Diagram/Alir/Penelitian/(Lanjutan)

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Beberapa alat dan bahan diperlukan dalam penelitian ini untuk sintesis endapan kalsium karbonat (PCC) dengan bahan baku asbuton. Alat dan bahan akan dijelaskan pada poin-poin berikut.

3.2.1 Alat

Penelitian ini memerlukan peralatan untuk memudahkan sintesis *precipitated calcium carbonate*. Peralatan yang digunakan adalah sebagai berikut.

a. *Mesh*

Mesh merupakan alat berbentuk jaring-jaring persegi yang berfungsi untuk menyaring atau memisahkan butir asbuton sesuai dengan ukuran. Pada penelitian

ini menggunakan *mesh* 100, yang artinya terdapat 100 lubang dalam 1 In². *Mesh* 100 dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Mesh 100

b. *Furnace*

Furnace digunakan untuk proses kalsinasi asbuton. Kalsinasi sendiri bertujuan untuk menghilangkan zat pengotor pada asbuton seperti sisa minyak ekstraksi. Jenis *furnace* yang digunakan adalah *Furnace Chamber TableTop*. *Furnace Chamber TableTop* dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Furnace Chamber TableTop

c. Timbangan

Pada proses sintesis PCC digunakan timbangan jenis digital untuk mengetahui massa bahan, baik yang digunakan maupun hasil sintesis PCC, seperti asbuton terkalsinasi dan hasil sintesis (PCC). Merk timbangan digital yang digunakan adalah Scale i2000 dengan maksimal dapat menimbang berat 3Kg. Ketelitian timbangan digital tersebut adalah sebesar 0,1 gram. Timbangan digital dapat dilihat pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Timbangan Digital

d. *Magnetic Stirrer*

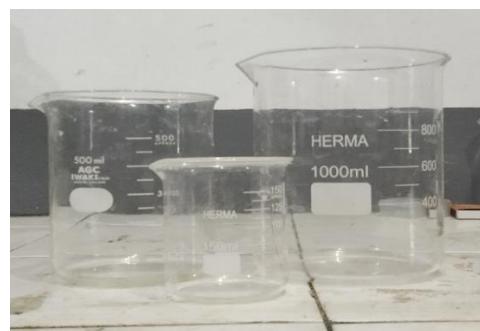
Magnetic stirrer merupakan alat yang dimanfaatkan untuk memanaskan sekaligus mengaduk campuran larutan agar tercampur secara merata dengan bantuan batang magnet berukuran kecil yang dimasukan ke dalam larutan. Merk *magnetic stirrer* yang digunakan adalah *Wisestir*. *Magnetic stirrer* dapat dilihat pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Magnetic Stirrer

e. Gelas *Beaker*

Gelas *beaker* digunakan untuk wadah pencampuran antar larutan asbuton terkalsinasi, asam klorida, natrium hidroksida, dan ammonium bikarbonat serta berfungsi untuk mengukur volume larutan. Herma adalah merk yang digunakan gelas *beaker*. Gelas *beaker* yang digunakan terdiri dari 3 ukuran yang berbeda yaitu 500 ml, 1000 ml, dan 2000 ml. Gelas *beaker* dapat dilihat pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Gelas Beaker

f. Tabung *Erlenmeyer*

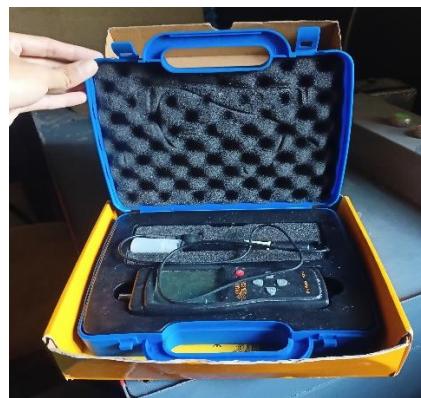
Tabung *Erlenmeyer* digunakan untuk meletakkan kertas saring *Whatman* dan penampungan filtrat sementara sebelum dicampur NH_4HCO_3 dalam proses karbonasi. Tabung *Erlenmeyer* yang digunakan memiliki kapasitas 1000 ml. Merk tabung *erlenmeyer* yang digunakan adalah *Yamai*. Tabung *Erlenmeyer* dapat dilihat pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Tabung Erlenmeyer

g. pH Meter Digital

pH meter digital untuk mengukur tingkat keasaman (pH) dari larutan yang digunakan untuk sintesis PCC. pH meter digital digunakan ketika proses penambahan natrium hidroksida hingga mencapai pH 12 dan penambahan amonium bikarbonat hingga pH turun mendekati netral. pH meter yang digunakan bermerek *Smart Sensor*. pH meter digital dapat dilihat pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9 pH Meter Digital

h. Kertas Saring *Whatman*

Untuk memisahkan cairan dan endapan PCC digunakan kertas saring no.42. Kertas saring whatman no. 42 digunakan dalam percobaan ini dengan diameter pori $2,5\mu\text{m}$. Kertas *whatman* yang digunakan bermerek *Cytiva*. Kertas saring *Whatman* no. 42 dapat dilihat pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Kertas Saring *Whatman*

i. Pompa Vakuum

Pompa vakuum berfungsi untuk mengalirkan udara di dalam tabung *Erlenmeyer* secara kontinu kemudian membuangnya ke lingkungan lepas. Pompa vakum yang digunakan adalah *Value Vacuum Pump*. Pompa vakum dapat dilihat pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11 Pompa Vakum

j. Mortar dan Cawan

Mortar dan cawan digunakan untuk menumbuk atau menghaluskan asbuton sebelum disaring dengan *mesh* 100. Selain itu, cawan juga digunakan sebagai wadah asbuton untuk kalsinasi dan pengeringan PCC karena sifatnya yang tahan terhadap suhu tinggi. Mortar dan cawan dapat dilihat pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12 Mortar dan Cawan

k. Oven

Oven berfungsi untuk mengeringkan atau menghilangkan kandungan air pada sampel hasil sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC). Oven yang digunakan bermerek *Kirin* dengan rentang suhu 0 - 400°C. Oven dapat dilihat pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13 Oven

l. Termometer

Termometer berfungsi untuk mengukur temperatur larutan pada saat karbonasi. Termometer yang digunakan adalah termometer batang dengan air raksa. Termometer ini dapat mengukur rentang suhu antara 0-175 °C. Termometer dapat dilihat pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14 Termometer

m. Alat Uji *X-Ray Diffraction* (XRD)

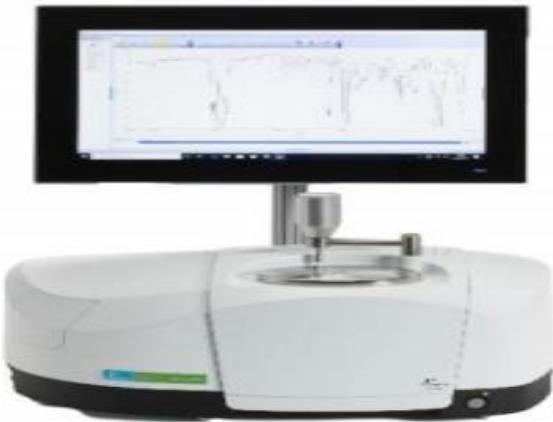
Alat uji *X-Ray Diffraction* berfungsi untuk mengetahui struktur/fasa dari sampel *precipitated calcium carbonate*. Merk alat XRD yang digunakan adalah Aeris. Alat uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dapat dilihat pada Gambar 3.15.



Gambar 3.15 Alat Uji X-Ray/Diffraction

n. Alat Uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Alat uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* mengetahui adanya gugus fungsi dan membantu senyawa, serta menganalisis kombinasi sampel yang sedang diperiksa. Alat uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* dapat dilihat pada Gambar 3.16.



Gambar 3.16 Alat Uji Fourier Transform Infrared Spectroscopy

o. Alat Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Alat uji *Scanning Electron Microscope* adalah mikroskop yang digunakan untuk menganalisis/menentukan bentuk permukaan sampel *precipitated calcium carbonate*. Alat SEM menggunakan alat HITACHI FLEXSEM 1000 yang dilengkapi *ultra variable pressure detector* untuk menghasilkan gambar yang lebih jelas. Alat uji *Scanning Electron Microscope* dapat dilihat pada Gambar 3.17.



Gambar 3.17 Alat Uji Scanning Electron Microscope

p. *Software Highscore Plus*

HighScore Plus adalah perangkat lunak analisis difraksi bubuk dari *PANalytical*. Telah dalam pengembangan konstan selama 13 tahun terakhir dan telah berkembang menjadi produk yang sangat lengkap dan matang (Degen dkk., 2014) Salah satu tugas utama perangkat lunak *HighScore Plus* adalah mengidentifikasi fase sebagai langkah pertama dalam analisis *x-ray diffraction*. Pengguna dapat melakukan identifikasi berdasarkan posisi puncak (*dspacing and relative intensities*). Pada software *HighScore Plus* ini dapat digunakan untuk mencari data struktur kristal dan fasa, berisi analisis kristalografi, ukuran kristal, dan presentase kristalinitas. Logo *Highscore Plus* dapat dilihat pada Gambar 3.18.



Gambar 3.18 Logo Highscore Plus

q. *Software OriginLab*

OriginLab Corporation telah membuat perangkat lunak pengolah data (termasuk fitur analisis *statistic* dan *numeric*) yang dapat digunakan untuk membuat grafik 2D dan 3D. Aplikasi ini dapat mengeluarkan dan memasukan file dalam format GIF, JPEG, EPS, dan TIFF (Sitanding dkk, 2020). Program asli digunakan dalam penelitian ini untuk menghasilkan analisis XRD, FTIR, UV dan lainnya. Pada penelitian kali ini *origin* digunakan untuk mengolah data-data XRD dan FTIR dari pengujian menjadi sebuah grafik. Membantu mempermudah dalam

membandingkan antara beberapa *output*. Logo *software originlab* dapat dilihat pada Gambar 3.19.



Gambar 3.19 Logo Software OriginLab

3.2.2 Bahan

Pada penelitian ini menggunakan beberapa bahan untuk melakukan sisntesis *precipitated calcium carbonate* (PCC). Bahan yang digunakan adalah sebagai berikut.

a. Limbah Ekstraksi Aspal Buton

Limbah ekstraksi aspal Buton merupakan limbah hasil dari ekstraksi batuan asbuton yang telah berkurang kadar aspalnya dan tersisa kandungan mineral. Limbah ekstraksi asbuton ini diambil langsung dari PT. Wika Bitumen, Buton, Sulawesi Tenggara. Limbah ekstraksi asbuton berbentuk padatan seperti bongkahan batu sebelum nantinya dihancurkan menjadi bubuk halus. Limbah ekstraksi asbuton ditunjukkan pada Gambar 3.20.



Gambar 3.20 Limbah Ekstraksi Asbuton

b. Larutan Asam Klorida 2M

Larutan asam klorida (HCl) termasuk asam kuat merupakan bahan kimia yang digunakan sebagai pelarut aspal buton yang telah dilakukan kalsinasi. Konsentrasi larutan asam klorida yang digunakan adalah 2M. Pembuatan larutan asam klorida (HCl) 2M dengan cara mencampurkan dengan akuades dengan perbandingan tertentu. Asam klorida (HCl) didapatkan dari CV. Indrasari, Kota Semarang. Larutan asam klorida dapat dilihat pada Gambar 3.21.



Gambar 3.21 Larutan Asam Klorida 2M

c. Larutan Amonium Bikarbonat

Larutan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3) merupakan bahan kimia yang bersifat basa lemah dan berbentuk butiran atau kristal. Larutan ammonium

bikarbonat digunakan untuk proses karbonasi atau penganti CO₂ sebagai sumber CO₃²⁻ dalam proses sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC). Amonium bikarbonat (NH₄HCO₃) didapatkan dari CV. Indrasari, Kota Semarang. Larutan ammonium bikarbonat dapat dilihat pada Gambar 3.22.



Gambar 3.22 Amonium Bikarbonat

d. Akuades

Akuades merupakan air mineral pada umumnya yang telah dilakukan destilasi sehingga diperoleh air murni (H₂O) tanpa mengandung mineral. akuades berfungsi untuk membuat larutan asam klorida 2M, melarutkan ammonium bikarbonat, dan mencuci sampel PCC sebelum dioven. Akuades didapatkan dari CV. Indrasari, Kota Semarang. Larutan akuades dapat dilihat pada Gambar 3.23.



Gambar 3.23 Larutan Akuades

e. Natrium Hidroksida

Natrium Hidroksida (NaOH) digunakan untuk menaikan pH hingga mencapai pH 11,2 sampai 12 pada proses sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC). Natrium Hidroksida (NaOH) didapatkan dari CV. Indrasari, Kota Semarang Natrium hidroksida (NaOH) dapat dilihat pada Gambar 3.24.



Gambar 3.24 Natrium Hidroksida

3.3 Variabel Penelitian

Variabel penelitian merupakan variabel yang menarik/observasi, memiliki efek, atau berharga. Pada penelitian kali ini menggunakan beberapa variabel penelitian yaitu sebagai berikut.

3.3.1 Variabel Tetap

Variabel tetap merupakan parameter yang tetap. Variabel tetap pada penelitian ini yaitu bahan baku limbah ekstraksi aspal Buton, suhu kalsinasi 900°C, *holding time* kalsinasi selama 5 jam, asam klorida 2M, natrium hidroksida 2M, dan volume ammonium bikarbonat.

3.3.2 Variabel Bebas

Variabel yang bebas adalah parameter yang berubah-ubah dari variabel lain. Suhu karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C merupakan variabel bebas dalam penelitian.

3.3.3 Variabel yang Dinilai

Variabel yang dinilai dalam penelitian ini adalah presentase kristalinitas, ukuran kristal, struktur kristal, nilai *wavenumber*, dan polimorfi PCC.

3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Metalurgi Fisik S1 Teknik Mesin Universitas Diponegoro. Penelitian ini bertujuan untuk sintesis dan karakterisasi PCC dengan bahan dasar yang tergolong baru menggunakan metode *pH-swing* atau karbonasi tidak langsung. Tahapan sintesis dan karakterisasi PCC sebagai berikut.

3.4.1 Proses Reduksi Ukuran Butir

Limbah ekstraksi asbuton akan dihaluskan untuk mendapatkan butiran sesuai dengan yang diinginkan. Proses reduksi bisa dilakukan dengan menghaluskan menggunakan mortar dan cawan, kemudian disaring menggunakan ayakan *mesh* 100. Hasil reduksi butir dapat dilihat pada Gambar 3.25.

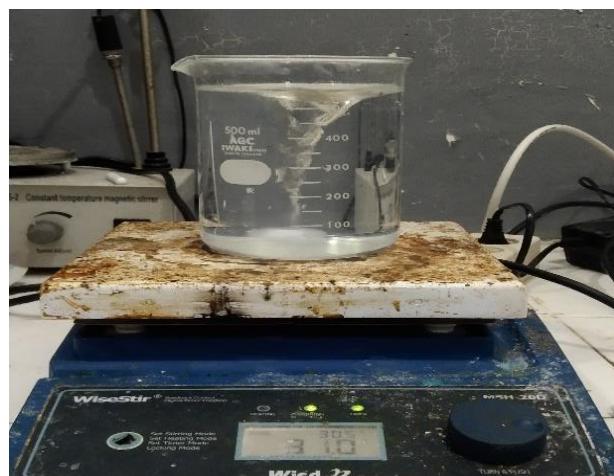


Gambar 3.25 Hasil Reduksi Ukuran Butir

3.4.2 Proses Pengenceran Larutan

Larutan yang digunakan dalam penelitian kali ini tidak semuanya berwujud cair, namun ada pula yang berwujud padat seperti NaOH dan NH₄HCO₃. Oleh karena itu, untuk mengubah dari bentuk padat menjadi cair, diperlukan proses pengenceran. Pengenceran dilakukan dengan mencampurkan larutan atau padatan ke dalam aquades dengan perbandingan tertentu kemudian diaduk menggunakan alat *magnetic stirrer* pada kecepatan 1200 rpm, suhu rungan dan durasi 15 menit

agar tercampur dan larut secara merata. Larutan HCl dan NaOH diencerkan menjadi 2M sedangkan NH₄HCO₃ diencerkan menjadi 1,8M. Proses pengenceran larutan dapat dilihat pada Gambar 3.26.



Gambar 3.26 Proses Pengenceran Larutan

3.4.3 Proses Kalsinasi

Proses kalsinasi bertujuan melepaskan residu dan zat organik yang masih terkandung dalam butiran asbuton. Kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace chamber* pada suhu 900°C dengan *heating rate* dan *cooling rate* sebesar 7,2 °C/menit serta *holding time* selama 5 jam. Proses kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 3.27.



Gambar 3.27 Proses Kalsinasi

3.4.4 Proses Sintesis *Precipitated Calcium Carbonate*

Proses sintesis PCC terbuat dari 17 gram asbuton terkalsinasi, kemudian dituangkan dengan larutan asam klorida (HCl) 2M, selanjutnya diaduk dengan alat pengaduk magnet dengan putaran magnet 1200 rpm, suhu 60 °C, durasi 30 menit. Proses pengadukan dapat dilihat pada Gambar 3.28.



Gambar 3.28 Proses Pengadukan Limbah Asbuton Terkalsinasi dengan Asam Klorida

Selanjutnya, hasil pencampuran ditambahkan larutan amonium bikarbonat (NH_4HCO_3) hingga larutan mencapai pH 12 dan kemudian *difilter* menggunakan kertas *Whatman* no. 42 dan dibantu dengan pompa vakum sehingga menghasilkan $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Penyaringan larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dapat dilihat pada Gambar 3.29.



Gambar 3.29 Penyaringan Larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Larutan kalsium hidroksida yang diproduksi dari proses penyaringan, kemudian dicampurkan dengan ammonium bikarbonat dengan variasi suhu karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C, hingga mencapai pH mendekati netral. Proses karbonasi larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dapat dilihat pada Gambar 3.30.



Gambar 3.30 Proses Karbonasi Larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Setelah proses karbonasi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ maka akan terjadi endapan putih susu, kemudian endapan tersebut difilter menggunakan kertas *Whatman* no. 42 dan dicuci dengan akuades hingga pH mendekati 8 dibantu menggunakan pompa vakum. Proses penyaringan PCC dapat dilihat pada Gambar 3.31.



Gambar 3.31 Proses Penyaringan PCC

Endapan tersebut selanjutnya, dimasukkan ke oven pada temperatur 110°C durasi 2 jam. PCC setelah dioven dilihat pada Gambar 3.32.



Gambar 3.32 PCC Setelah Dioven

3.4.5 Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate*

Hasil endapan kalsium karbonat kemudian dianalisis menggunakan metode XRD untuk mengidentifikasi fasa kristal yang dihasilkan, metode SEM untuk mengidentifikasi bentuk kristal, dan metode FTIR untuk mengidentifikasi deskripsi dan struktur molekul sampel. Pengujian XRD dilaksanakan di UPNVY. Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium SEM UNNES. Pengujian FITR di Laboratorium Teknik Mesin UGM.

1. Pengujian *X-Ray Diffraction*

Pengujian X-ray Diffraction (XRD) dilakukan dengan tujuan memperoleh informasi tentang ciri fasa dan struktur kristal dari suatu material, baik yang bersifat kristalit maupun non-kristalit. Dalam kasus ini, material yang diuji adalah precipitated calcium carbonate (PCC) dengan jumlah 4 gram. Tes dijalankan pada kecepatan membaca 2° per menit, sudut awal 10°, dan sudut akhir 80°. Dengan menggabungkan pola difraksi dari temuan uji dengan data *Joint Cristal Diffraction Standard* (JCPDS), karakterisasi fase dapat dilakukan. Pengolahan data XRD dilakukan menggunakan *software HighScore Plus* dan *OriginLab*. Fungsi utama dari *HighScore Plus* adalah mengidentifikasi fase, mencari data struktur kristal dan

fasa, berisi analisis kristalografi, ukuran kristal, dan presentase kristalinitas. Sedangkan, Fungsi di OriginLab digunakan untuk memproses data, termasuk analisis statistik dan numerik.

2. Pengujian *Scanning Electron Microscopy*

Mengetahui karakteristik morfologi atau fisik dari sampel yang dievaluasi adalah tujuan dari pengujian *scanning electron microscopy* (SEM), sehingga dapat mengetahui jenis kristal sampel. Pada penelitian ini, menggunakan pembesaran 500X, 1000X, 5000X, dan 10000X.

3. Pengujian *Fourier Transform Infrared*

Pengujian *fourier transform infrared* (FTIR) bertujuan untuk menganalisa senyawa kimia dan membuktikan apakah terdapat adanya kalsium karbonat dari hasil sampel penelitian atau tidak. Struktur molekul suatu senyawa dan kenampakannya secara keseluruhan dapat ditentukan dari spektrum IRnya. Dengan mengukur penyerapan, pantulan, atau emisi di daerah IR, spektrum IR dapat dihasilkan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* Menggunakan Metode pH-Swing

Penelitian yang telah dilaksanakan merupakan sintesis dan karakterisasi *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan metode *pH-swing*. Bahan dasar yang digunakan yaitu limbah hasil ekstraksi aspal buton yang telah dilakukan kalsinasi. Metode sintesis yang digunakan adalah *pH-swing*, dimana metode tersebut masih tergolong masih jarang diteliti. Pada penelitian ini akan dibandingkan dengan penelitian sebelumnya tentang sintesis dan karakterisasi PCC asbuton dengan asam asetat, NH₄OH sebagai basa, gas CO₂ dengan variasi laju aliran gas CO₂ sebesar 1, 1.5, serta 2 l/menit. Berikut merupakan hasil dan pembahasan sisntesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) menggunakan metode *pH-swing* dengan variasi suhu karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C.

4.1.1 Preparasi Bahan

Preparasi bahan merupakan tahap untuk mempersiapkan bahan yang akan digunakan untuk penelitian sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) menggunakan metode *pH-swing*. Preparasi bahan dapat berupa preparasi bahan utama atau asbuton dan preparasi larutan yang akan digunakan. Berikut merupakan penjelasan preparasi asbuton dan preparasi larutan.

1. Preparasi Asbuton

Proses sintesis PCC menggunakan bahan dasar limbah hasil ekstraksi aspal Buton diperoleh dari PT. Wika Bitumen Buton, Sulawesi Tenggara. Aspal Buton sendiri mengandung mineral karbonat yang dapat dimanfaatkan dan dapat dimanfaatkan menjadi CaCO₃. Pemanfaatan limbah asbuton dapat menjadi solusi dalam mengurangi pencemaran lingkungan dan dapat sebagai alternatif pembuatan

PCC. Preparasi asbuton terdiri dari beberapa tahap yaitu penghalusan dan kalsinasi asbuton. Proses penghalusan limbah ekstraksi asbuton penting dilakukan karena bertujuan untuk memperkecil ukuran agar memudahkan dalam proses sintesis sehingga proses ekstraksi kalsium dapat dilakukan dengan optimal. Selain itu tingkat kehalusan juga mempengaruhi kereaktifan material tersebut (Janz dan Johnson, 2002). Bentuk limbah ekstraksi asbuton setelah dari pengolahan berbentuk padatan keras seperti batu atau dapat dilihat Gambar 4.1 berikut. Proses penghancuran limbah ekstraksi asbuton menggunakan bantuan alat *ball mill*. Setelah dihancurkan, limbah ekstraksi asbuton harus disaring terlebih dahulu. Proses penyaringan atau *mesh* menggunakan saringan *mesh* berukuran 100, artinya adalah dalam satu Inch² terdapat 100 lubang. Limbah asbuton setelah dihancurkan dan setelah disaring dengan *mesh* 100 dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Limbah Asbuton (b) Setelah Mesh 100 (b)

Setelah proses penghalusan kemudian dilakukan kalsinasi. Kalsinasi dilakukan menggunakan tungku *Furnace Table Top* di Laboratorium Metalurgi Fisik Universitas Diponegoro. Reaksi proses kalsinasi dijelaskan sesuai dengan persamaan 4.1.



Untuk meningkatkan jumlah unsur anorganik dalam suatu zat, kalsinasi berfungsi menghilangkan molekul organik dari bahan Ca (Harahap dkk., 2015). Hal ini telah

dibuktikan oleh penelitian dari Sadewa dkk., (2022) dengan membandingkan pengujian XRF limbah ekstraksi asbuton dengan limbah ekstraksi asbuton terkalsinasi. Kandungan unsur kalsium (Ca) dan kalsium oksida (CaO) pada limbah asbuton terkalsinasi meningkat dibanding dengan sebelum kalsinasi. Kandungan unsur kalsium (Ca) sebanyak 40.2% dari massa total dan kandungan kalsium oksida (CaO) sebanyak 56.9% dari massa total. Tabel hasil XRF limbah ekstraksi sebelum dan sesudah pengujian XRF dapat dilihat pada Tabel 4.1 dan 4.2

Tabel 4.1 Hasil Pengujian XRF Limbah Ekstraksi Asbuton (Sadewa dkk., 2022).

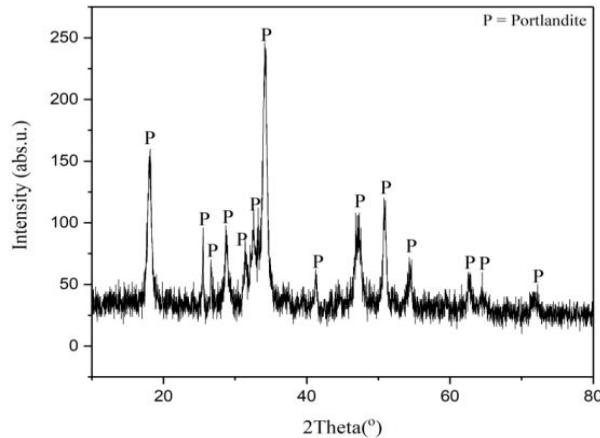
No	Elemen	Kandungan(%)	Oksida	Kandungan (%)
1	Ca	25.5	CaO	35.7
2	Si	2.87	SiO ₂	6.14
3	Al	0.932	Al ₂ O ₃	1.76
4	Fe	0.932	Fe ₂ O ₃	1.29
5	S	0.777	SO ₃	1.94
6	K	0.284	K ₂ O	0.342
7	Mg	0.141	MgO	0.234
8	Ti	0.103	KiO ₂	1.171
9	Sr	0.0831	SrO	0.0984
10	P	0.0408	P ₂ O ₅	0.0935
11	Mn	0.0201	MnO	0.0260
12	Cu	0.0103	CuO	0.0128
13	Zn	0.0070	ZnO	0.0087
14	Balance	68.3	Balance	52.2

Tabel 4.2 Hasil Pengujian XRF Limbah Ekstraksi Asbuton Terkalsinasi (Sadewa dkk., 2022).

No	Elemen	Kandungan(%)	Oksida	Kandungan (%)
1	Ca	40.2	CaO	56.9
2	Si	3.30	SiO ₂	7.13

3	Fe	1.27	Fe ₂ O ₃	1.84
No	Elemen	Kandungan(%)	Oksida	Kandungan (%)
4	Al	1.03	Al ₂ O ₃	1.97
5	S	0.998	SO ₃	2.52
6	Mg	0.220	MgO	0.369
7	K	0.204	K ₂ O	0.249
8	Sr	0.132	SrO	0.158
9	Ti	0.107	TiO ₂	0.180
10	P	0.0672	P ₂ O ₅	0.155
11	Mn	0.0336	MnO	0.0438
12	Balance	52.4	Balance	28.5

Berdasarkan Kenny dan Oates (2007), suhu kalsinasi untuk mendapatkan kalsium oksida (CaO) dari *limestone* dilakukan pada temperatur >900°C. Proses untuk meningkatkan konsentrasi Ca, asbuton dikalsinasi pada suhu 900°C durasi lima jam. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 900°C dengan *heating rate* dan *cooling rate* 7,2 °C/menit serta *holding time* selama 5 jam. Berdasarkan pengujian XRF dan XRD limbah hasil ekstraksi asbuton terkalsinasi yang dilakukan oleh Sadewa (2022), menunjukkan kandungan unsur kalsium (Ca) dan kalsium oksida (CaO) pada limbah asbuton terkalsinasi meningkat dibanding dengan sebelum kalsinasi. Kandungan unsur kalsium (Ca) sebanyak 40.2% dari massa total dan kandungan kalsium oksida (CaO) sebanyak 56.9% dari massa total. Pengolahan data XRD menunjukkan bahwa *peaks* yang timbul merupakan *portlandite* (Ca(OH)₂). Pemecahan termal bahan baku yang mengandung kalsium karbonat menghasilkan pembentukan Ca(OH)₂. Limbah ekstraksi asbuton yang terkalsinasi pada suhu 900°C menghasilkan persentase kristalinitas yaitu 100% *portlandite*. Difaktogram limbah ekstraksi asbuton terkalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difakrogram Limbah Ekstraksi Asbuton Terkalsinasi (Sadewa, 2022)

Proses sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) membutuhkan beberapa larutan yaitu HCl, NaOH, dan NH₄HCO₃. Larutan tersebut tidak tersedia di pasaran dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, harus dilakukan pengenceran untuk membuat larutan dengan konsentrasi tertentu. Tujuan dilakukannya pengenceran adalah untuk memperkecil konsentrasi larutan. Pengenceran dilakukan dengan mencampurkan larutan tersebut dengan aquades dengan perbandingan tertentu. Untuk larutan HCl dan NaOH diencerkan menjadi 2M, sedangkan NH₄HCO₃ diencerkan menjadi 1.8M. Pengenceran larutan asam klorida (HCl) 32% sehingga menjadi 2M. Pengaturan konsentrasi HCl dilakukan dengan menentukan larutan HCl yang akan dicampurkan dengan aquades sebanyak 1000 ml, sehingga perlu terlebih dahulu mengetahui konsentrasi HCl 32%. Diketahui ρ_{HCl} sebesar 1.18 gram/cm³ dan Mr HCl sebesar 36,5 g/mol, sehingga dapat diketahui konsentrasi larutan HCl 32% melalui persamaan 4.2 berikut.

Volume larutan asam HCl yang perlu ditambahkan ke dalam aquades 1000 ml dapat diketahui melalui persamaan 4.3 berikut.

Berdasarkan perhitungan pengaturan konsentrasi larutan HCl di atas, diperlukan sejumlah 193.4 ml larutan HCl dengan konsentrasi 10.34 M menjadi 2 M dengan pencampuran aquades sejumlah 1000 ml.

Pengaturan konsentrasi larutan NaOH dilakukan dengan menentukan massa NaOH yang akan dicampurkan dengan aquades sebanyak 1000 ml, sehingga terlebih dahulu harus mengetahui beberapa parameter yang dibutuhkan seperti M_r NaOH sebesar 40 g/mol, konsentrasi NaOH yang akan dibuat adalah 2M, dan volume aquades sebesar 1000 ml, sehingga dapat ditentukan massa bubuk NaOH yang dibutuhkan agar membuat larutan NaOH 2M dalam 1000 ml aquades melalui persamaan 4.4 berikut.

Berdasarkan perhitungan konsentrasi NaOH, jumlah massa sodium hidroksida yang dibutuhkan untuk pengenceran larutan NaOH 2M dalam 1000 ml aquades adalah sebesar 80 gram. Proses pembuatan dengan mengaduk menggunakan alat *magnetic stirrer* dengan kecepatan putar 1200 rpm, suhu 60°C, dan durasi 15 menit.

Pengaturan konsentrasi NH_4HCO_3 dilakukan dengan menentukan larutan NH_4HCO_3 yang akan dicampurkan dengan aquades sebanyak 1000 ml, sehingga perlu terlebih dahulu mengetahui konsentrasi NH_4HCO_3 10%. Diketahui $\rho \text{ NH}_4\text{HCO}_3$ sebesar 1,5 gram/cm³ dan Mr NH_4HCO_3 sebesar 79,056 g/mol, sehingga dapat diketahui konsentrasi larutan NH_4HCO_3 10% melalui persamaan 4.5 berikut.

Selanjutnya konsentrasi larutan NH_4HCO_3 dilakukan dengan menentukan massa NH_4HCO_3 yang akan dicampurkan dengan aquades sebanyak 1000 ml, sehingga terlebih dahulu harus mengetahui beberapa parameter yang dibutuhkan seperti $M_r \text{ NH}_4\text{HCO}_3$ sebesar 79,056 g/mol, konsentrasi NH_4HCO_3 yang akan dibuat adalah 1,897 M, dan volume aquades sebesar 1000 ml, sehingga dapat ditentukan massa NH_4HCO_3 yang dibutuhkan untuk membuat larutan NH_4HCO_3 1,897M dalam 1000 ml aquades melalui persamaan 4.6 berikut.

Berdasarkan perhitungan konsentrasi NH_4HCO_3 , jumlah massa NH_4HCO_3 yang dibutuhkan untuk membuat larutan NH_4HCO_3 1,897 dalam 1000 ml aquades adalah sebesar 149,96 gram. Proses pembuatan dengan mengaduk menggunakan alat *magnetic stirrer* dengan kecepatan aduk 1200 rpm, suhu 60°C, dan durasi 15 menit.

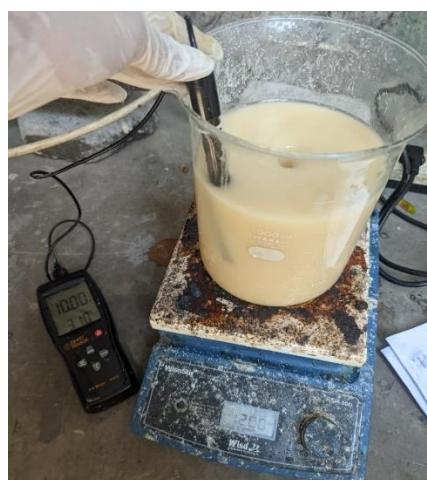
4.1.2 Ekstraksi Asbuton

Tahap ekstraksi asbuton merupakan tahap pertama dalam sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan metode *pH-swing*. Tujuan dari ekstraksi asbuton adalah untuk melarutkan kalsium (Ca) dalam asbuton terkalsinasi dan menurunkan pH, karena proses ekstraksi asbuton harus dalam kondisi asam. Menurut Zikri dkk. (2015), penambahan larutan asam kuat mampu meningkatkan kelarutan pada ion Ca^{2+} pada kalsium oksida (CaO), oleh karena itu akan terbentuk garam mudah larut. Pada penelitian ini proses ekstraksi asbuton menggunakan asam klorida yang tergolong asam kuat. Proses ekstraksi asbuton dimulai dengan mencampurkan asbuton terkalsinasi sebanyak 17 gram dengan HCl 2M sebanyak 600 ml. Selanjutnya, campuran tersebut diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan aduk 1200 rpm, suhu 60°C, dan durasi 30 menit.. Proses ekstraksi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



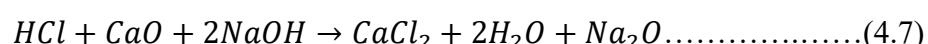
Gambar 4.3 Ekstraksi Asbuton.

Kemudian selesai pengadukan asbuton terkalsinasi dengan HCl, Langkah selanjutnya adalah penambahan NaOH 2M hingga pH mencapai 10 hingga 11. Tujuan penambahan NaOH 2M adalah untuk meningkatkan derajat karbonasi dan pengendapan kalsium karbonat. Dibutuhkan sebanyak 1400 ml NH₄OH agar larutan mencapai pH 11. Proses yang dilakukan ini disebut dengan proses pH-swings. Proses pH-swings dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Proses pH-swings

Larutan hasil pencampuran pada proses ekstraksi dapat dijelaskan dengan persamaan reaksi kimia 4.7 dan 4.8 berikut.

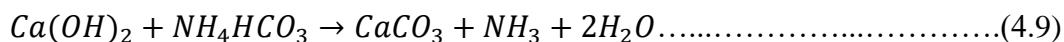


Campuran tersebut kemudian *filtered* menggunakan kertas saring Whatman no. 42 dengan bantuan tabung Erlenmeyer dan pompa vakum. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ diperoleh melalui filtrasi untuk melanjutkan proses karbonasi. Jumlah larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang diperoleh dari proses penyaringan adalah 1150 ml.

4.1.3 Karbonasi

Karbonasi merupakan tahap kedua dari sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC). Sumber CO₂ berasal dari larutan NH₄HCO₃ sebagai sumber karbondioksida untuk proses karbonasi. Penggunaan NH₄HCO₃ mampu

meningkatkan efisiensi karbonasi dan kemurnian *precipitated calcium carbonate* (PCC) (Azdarpour dkk., 2017). Proses karbonasi dilakukan dengan mencampurkan larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan NH_4HCO_3 sebanyak 300 ml. Proses pencampuran dilakukan secara bertahap dengan mencampurkan per 50 ml, maka larutan akan terlihat berubah menjadi putih susu. Waktu yang dibutuhkan untuk karbonasi adalah 30 menit atau hingga larutan berubah menjadi jernih lagi dikarenakan kalsium karbonat telah mengalami pengendapan. Selanjutnya adalah proses penyaringan hasil karbonasi menggunakan kertas saring merk whatman no.42 untuk memisahkan *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan air. Proses karbonasi dapat disederhanakan dengan reaksi kimia antara $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan NH_4HCO_3 . Persamaan reaksi kimia $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan NH_4HCO_3 dapat dilihat pada persamaan kimia 4.9 berikut.



Pada penelitian ini menggunakan 3 variasi temperatur karbonasi yaitu 30°C, 40°C, dan 50°C. Proses karbonasi dilakukan ketika larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dipanaskan dan mencapai temperatur yang divariasi kemudian larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ditambah NH_4HCO_3 dan temperatur ditahan selama waktu karbonasi yaitu 30 menit. Pada saat karbonasi perubahan pH perlu dicatat untuk mengetahui pengaruh suhu karbonasi terhadap perubahan pH. Nilai akhir pH karbonasi masing-masing dari ketiga variasi temperatur karbonasi yaitu 8.7; 8.5; 7.8

Peningkatan suhu menyebabkan kesetimbangan sistem bergeser, menyerap kelebihan panas, dan menyebabkan pembentukan ion H^+ , yang mengakibatkan penurunan pH larutan. PCC yang dihasilkan dari penyaringan harus terlebih dahulu dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan kotoran dan menurunkan pH karena masih dalam kondisi basa. Setelah dicuci PCC harus dioven dengan suhu 110°C selama 2 jam dengan tujuan mengeringkan dan menghilangkan kandungan air dalam PCC.

PCC yang dihasilkan kemudian ditimbang untuk mengetahui pengaruh suhu karbonasi terhadap massa PCC yang dihasilkan. Hasilnya menunjukkan bahwa PCC dengan suhu karbonasi 30°C menghasilkan sebanyak 9,1 gram, suhu

karbonasi 40°C menghasilkan sebanyak 10,5 gram, dan suhu karbonasi 50°C menghasilkan sebanyak 11,2 gram. Peningkatan suhu karbonasi cenderung meningkatkan kecepatan rata-rata molekul reaktan. Dengan adanya lebih banyak molekul yang bergerak dengan cepat, maka jumlah molekul yang bergerak cukup cepat untuk bereaksi meningkat, menghasilkan pembentukan produk yang lebih cepat dan lebih optimal. Temperatur reaksi juga memiliki efek yang signifikan pada kinetika reaksi dan konversi padatan dalam reaksi gas-padatan dalam kinetika kimia tahap terkontrol. Dengan meningkatnya suhu, laju karbonasi dan konversi CaO dengan CO₂ juga meningkat (Sun dkk., 2008).

Berdasarkan jumlah produk yang dihasilkan dari sintesis PCC maka dapat dihitung rendemen yang dihasilkan oleh masing-masing variasi temperatur karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C. Perhitungan % Rendemen dapat dilakukan dengan membandingkan massa CaO yang digunakan dengan hasil PCC yang dihasilkan. Persamaan % Rendemen dapat dilihat pada persamaan 4.9 berikut.

Perhitungan % Rendemen dari masing-masing temperatur karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C adalah sebagai berikut.

a. Temperatur Karbonasi 30°C

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{9.1 \text{ gram}}{17 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 53.53\%\end{aligned}$$

b. Temperatur Karbonasi 40°C

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{10.5 \text{ gram}}{17 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 61.76 \%\end{aligned}$$

c. Temperatur Karbonasi 50°C

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{11,2 \text{ gram}}{17 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 65,88 \%\end{aligned}$$

Berdasarkan % Rendemen yang dihasil dari masing-masing variasi kemudian dibandingkan dengan penelitian sintesis dan karakterisasi PCC berbahan dasar asbuton yang sebelumnya dengan menggunakan jenis asam yang sama. Perbandingan % Rendemen dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dapat diamati pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perbandingan % Rendemen Temperatur Karbonasi dan Laju Aliran CO₂

Parameter	% Rendemen	Parameter	% Rendemen
Temperatur Karbonasi 30°C	53.53	Laju Aliran 1 L/menit	72
Temperatur Karbonasi 40°C	61.76	Laju Aliran 1.5 L/menit	73.35
Temperatur Karbonasi 50°C	65.88	Laju Aliran 2 L/menit	74.41

4.2 Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate*

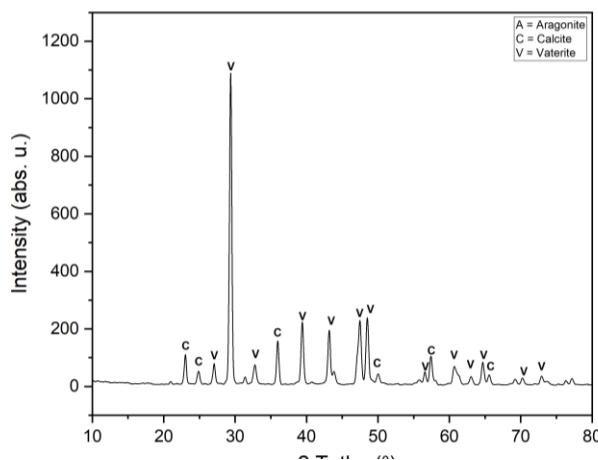
PCC yang telah disintesis, kemudian diuji dengan XRD, FTIR, dan SEM. Pengujian XRD dilakukan pada sudut awal (2θ) dimulai dari 10° dan diakhiri pada 80° dengan kecepatan pembacaan 2° per menit. Pengujian FTIR menggunakan alat *spectrometer* dengan daerah analisa pada *wavenumber* antara 4000-400 cm⁻¹. Pengujian SEM menggunakan alat HITACHI FLEXSEM 1000 yang dilengkapi *ultra variable pressure detector* untuk menghasilkan gambar yang lebih jelas.

4.2.1 Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate* dengan XRD

Pengujian XRD bertujuan mengetahui ukuran kristal, persentase kristalinitas dan struktur kristal PCC. Pengolahan data hasil XRD menggunakan bantuan *software Highscore plus* untuk mengetahui kandungan mineral dan persentase kristalinitas dengan analisis *Rietveld* dan untuk mendapatkan grafik perbandingan jumlah mineral di setiap varian, gunakan program OriginLab.

1. Analisis XRD PCC dengan Temperatur Karbonasi 30°C

Berdasarkan analisis *Rietveld* didapatkan hasil kristalinitas dan difraktogram *precipitated calcium carbonate* pada suhu karbonasi 30°C. Berdasarkan hasil analisis, dominasi *peak* yang dihasilkan mengandung vaterit, dengan *peak* lainnya berupa sedikit kalsit dan aragonit. Hasil analisis *Rietveld* *precipitated calcium carbonate* dapat dilihat pada Gambar 4.5.

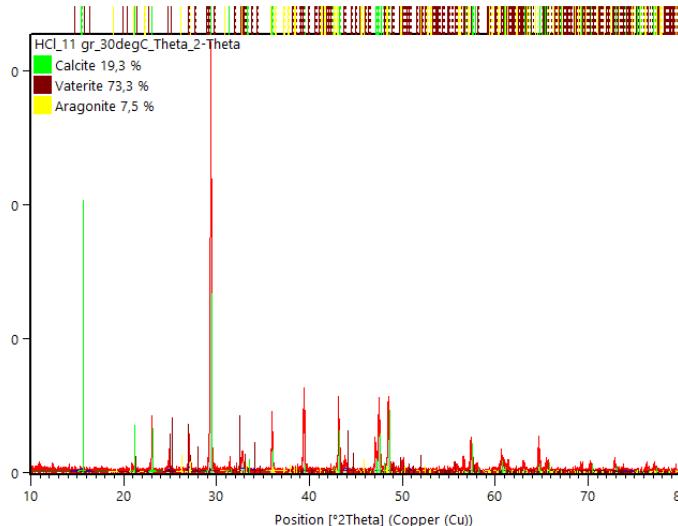


Gambar 4.5 Difraktogram PCC Limbah Asbuton Temperatur karbonasi 30°C.

Berdasarkan Gambar 4.4, difraktogram menunjukkan *peaks* dominan terletak pada $2\theta = 29.39^\circ$, 48.52° , dan 47.48° dengan intensitas relatif sebesar 1088.78, 239.12, dan 229.23. Data hasil dari pengujian XRD *precipitated calcium carbonate* berbahan utama limbah asbuton, selanjutnya dikomparasikan dengan *peak* 2θ dan intensitas relatif *Joint Committee for Powder Diffraction Data Standards* (JCPDS) dengan kode 96-150-8972, JCPDS kode 96-901-3802, dan JCPDS kode 96-900-0969. Hasil komparasi menunjukkan bahwa kristal vaterit mendominasi di antara kristal endapan kalsium karbonat yang terbentuk dari limbah asbuton, kristal kalsit dan aragonit dalam jumlah sedikit.

Berdasarkan analisis *Rietveld*, bisa diketahui persentase kristalinitas yang terdapat dalam *precipitated calcium carbonate* limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 30°C adalah 73.3% kristal vaterit, 19.3% kristal kalsit, dan 7.5% kristal aragonit. Selain itu, informasi rata-rata ukuran kristal dapat diketahui yaitu 269.1 Å

atau 26.9 nm, *density* sebesar $2,76 \text{ g/cm}^3$, dan volume kristal sebesar 723.7793 \AA^3 . Hasil analisis *Rietveld* berupa persentase kristalinitas, ukuran, *density*, dan volume kristal *precipitated calcium carbonate* limbah asbuton pada temperatur karbonasi 30°C ditunjukkan pada Gambar 4.6, Gambar 4.7, dan Gambar 4.8.



Gambar 4.6 Analisis Rietveld Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton
Temperatur Karbonasi 30°C

Derived Data	
Micro Strain [%]	0,096
Micro Strain ESD	0,00117
Crystallite Size [\text{\AA}]	269,1
Crystallite Size ESD	0,014
Density [g/cm^3]	2,76
F000	600

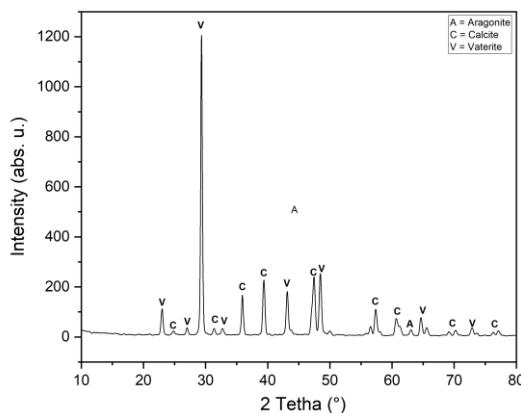
Gambar 4.7 Ukuran Kristal dan Density Precipitated Calcium Carbonate Limbah
Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C

Unit Cell	
a [Å]	12,20712
b [Å]	7,16943
c [Å]	9,36663
alpha [°]	90
beta [°]	118,0025
gamma [°]	90
Volume [Å³]	723,7793
Assumed Crystal System	Monodinic (beta)
Crystal System	Monodinic (beta)
Automatic Cell Constraints	<input checked="" type="checkbox"/>

Gambar 4.8 Volume Kristal Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton
Temperatur Karbonasi 30°C

2. Analisis XRD PCC dengan Temperatur Karbonasi 40°C

Berdasarkan analisis *Rietveld* didapatkan hasil kristalinitas dan difraktogram *precipitated calcium carbonate* pada suhu karbonasi 40°C. Berdasarkan hasil analisis, dominasi *peak* yang dihasilkan berupa kandungan vaterit, dengan *peak* lainnya berupa sedikit kalsit dan aragonit. Hasil analisis *Rietveld* *precipitated calcium carbonate* dapat dilihat pada Gambar 4.9.

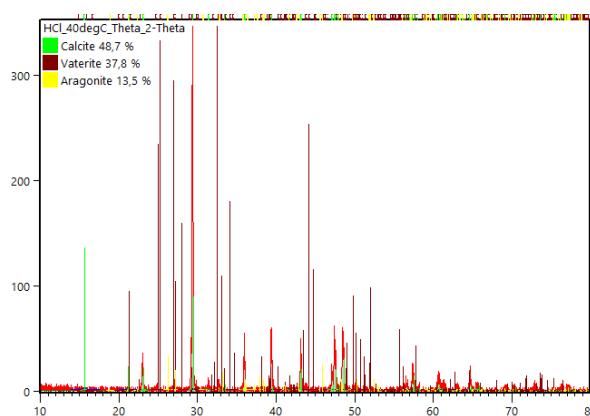


Gambar 4.9 Difraktogram PCC Limbah Asbuton Temperatur karbonasi 40°C

Berdasarkan Gambar 4.9, difraktogram menunjukkan *peaks* dominan terletak pada $2\theta = 29.35^\circ$, 48.47° , dan 47.45° dengan intensitas relatif sebesar

1206.12, 252.86, dan 240.24. Data hasil pengujian XRD *precipitated calcium carbonate* berbahan dasar limbah asbuton dibandingkan dengan *peak* 2θ dan intensitas relatif pada *Joint Committee for Powder Diffraction Data Standards* (JCPDS) dengan kode 96-150-8972, JCPDS kode 96-901-3802, dan JCPDS kode 96-900-0969. Hasil komparasi tersebut mengindikasikan fasa kristal yang dihasilkan dari *precipitated calcium carbonate* berbahan dasar limbah asbuton keseluruhan masih berupa kristal vaterit, sedikit peningkatan jumlah kristal kalsit dan aragonit.

Berdasarkan analisis *Rietveld*, bisa diketahui persentase kristalinitas yang terkandung dalam *precipitated calcium carbonate* limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 40°C adalah 37,48% kristal vaterit, 48,7% kristal kalsit, dan 13,5% kristal aragonit. Rata-rata ukuran kristal yang dihasilkan juga dapat diketahui yaitu 169.8 \AA atau $16,9 \text{ nm}$, *density* sebesar $2,53 \text{ g/cm}^3$, dan volume kristal sebesar 370.923 \AA^3 . Hasil analisis *Rietveld* berupa persentase kristalinitas, ukuran kristal, *density*, dan volume kristal *precipitated calcium carbonate* limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 40°C ditunjukkan pada Gambar 4.10, Gambar 4.11, dan Gambar 4.12.



Gambar 4.10 Analisis Rietveld Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C

Derived Data	
Micro Strain [%]	0,000
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	169,8
Crystallite Size ESD	0,363
Density [g/cm^3]	2,53
F000	282

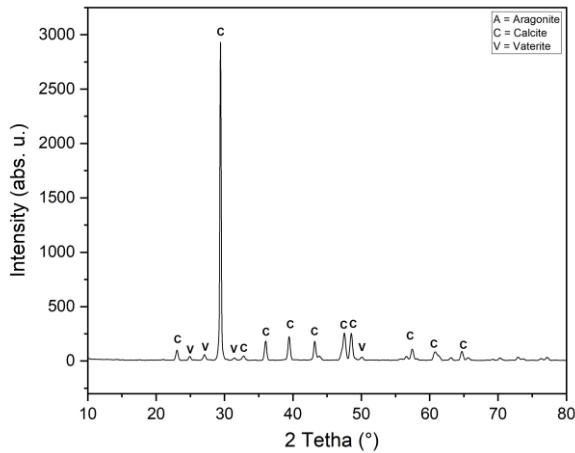
Gambar 4.11 Ukuran Kristal dan Density Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C

Unit Cell	
a [Å]	4,99955
b [Å]	4,99955
c [Å]	17,13558
alpha [°]	90
beta [°]	90
gamma [°]	120
Volume [Å^3]	370,9292
Assumed Crystal System	Hexagonal
Crystal System	Trigonal (hexagonal axes)
Automatic Cell Constraints	<input checked="" type="checkbox"/>

Gambar 4.12 Volume Kristal Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C

3. Analisis XRD PCC dengan Temperatur Karbonasi 50°C

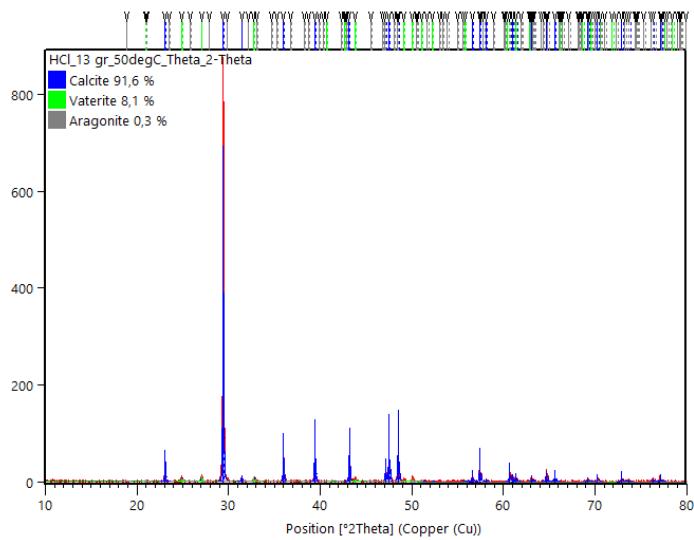
Berdasarkan analisis *Rietveld* didapatkan hasil kristalinitas dan difraktogram *precipitated calcium carbonate* pada suhu karbonasi 50°C. Berdasarkan hasil analisis, dominasi *peak* yang dihasilkan berupa kandungan vaterit, dengan *peak* lainnya berupa kalsit dan sedikit aragonit. Hasil analisis *Rietveld precipitated calcium carbonate* dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Difraktogram PCC Limbah Asbuton Temperatur karbonasi 50°C

Berdasarkan Gambar 4.13, difraktogram menunjukkan *peaks* dominan terletak pada $2\theta = 29.42^\circ$, 48.55° , dan 47.53° dengan intensitas relatif sebesar 2931.32, 253.56, dan 257.81. Data pengujian XRD *precipitated calcium carbonate* berbahan utama limbah asbuton dikomparasikan dengan *peak* 2θ dan intensitas relatif pada *Joint Committee for Powder Diffraction Data Standards* (JCPDS) dengan kode 96-150-8972, JCPDS kode 96-901-3802, dan JCPDS kode 96-900-0969. Hasil komparasi mengindikasikan fasa kristal yang dihasilkan dari *precipitated calcium carbonate* berbahan limbah asbuton sebagian berupa kristal kalsit dan vaterit dengan sedikit sekali kristal aragonit.

Berdasarkan analisis *Rietveld*, diketahui bahwa persentase kristalinitas yang terkandung dalam *precipitated calcium carbonate* limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 50°C adalah 91,6% kristal kalsit, 8,1% kristal vaterit, dan 0,3% kristal aragonit. Ukuran kristal rata-rata yang dihasilkan yaitu 27913,4 Å atau 2791,34 nm, *density* sebesar 2,71 g/cm³ dan volume kristal sebesar 367,90 Å³. Hasil analisis *Rietveld* berupa persentase kristalinitas, ukuran kristal, *density*, dan volume kristal *precipitated calcium carbonate* limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 60°C ditunjukkan pada Gambar 4.14, Gambar 4.15, dan Gambar 4.16.



Gambar 4.14 Analisis Rietveld Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C

Derived Data	
Micro Strain [%]	0,061
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	27913,4
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	2,71
F000	300

Gambar 4.15 Ukuran Kristal dan Density Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C

Unit Cell	
a [Å]	4,98926
b [Å]	4,98926
c [Å]	17,06601
alpha [°]	90
beta [°]	90
gamma [°]	120
Volume [Å³]	367,9039
Assumed Crystal System	Hexagonal
Crystal System	Trigonal (hexagonal axes)
Automatic Cell Constraints	<input checked="" type="checkbox"/>

Gambar 4.16 Volume Kristal Precipitated Calcium Carbonate Limbah Asbuton
Temperatur Karbonasi 50°C

4. Perbandingan Karakterisasi XRD PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi.

PCC yang disintesis melalui 3 variasi temperatur karbonasi yang berbeda menghasilkan perbedaan karakteristik persentase kristalinitas, *density*, volume, dan ukuran rata-rata kristal. Pada nilai *peaks* dominan 2θ dan intensitas relatif yang tidak jauh berbeda. Untuk jenis kristal dari ketiga variasi menghasilkan fase kristal dominan vaterit dan kalsit, diikuti dengan sedikit fase aragonit. Perbandingan ukuran rata-rata kristal, volume, *density*, dan persentase kristalinitas PCC limbah asbuton setiap variasi ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Perbandingan Ukuran Kristal, Volume, Density, dan Persentase Kristalinitas Dari PCC limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi.

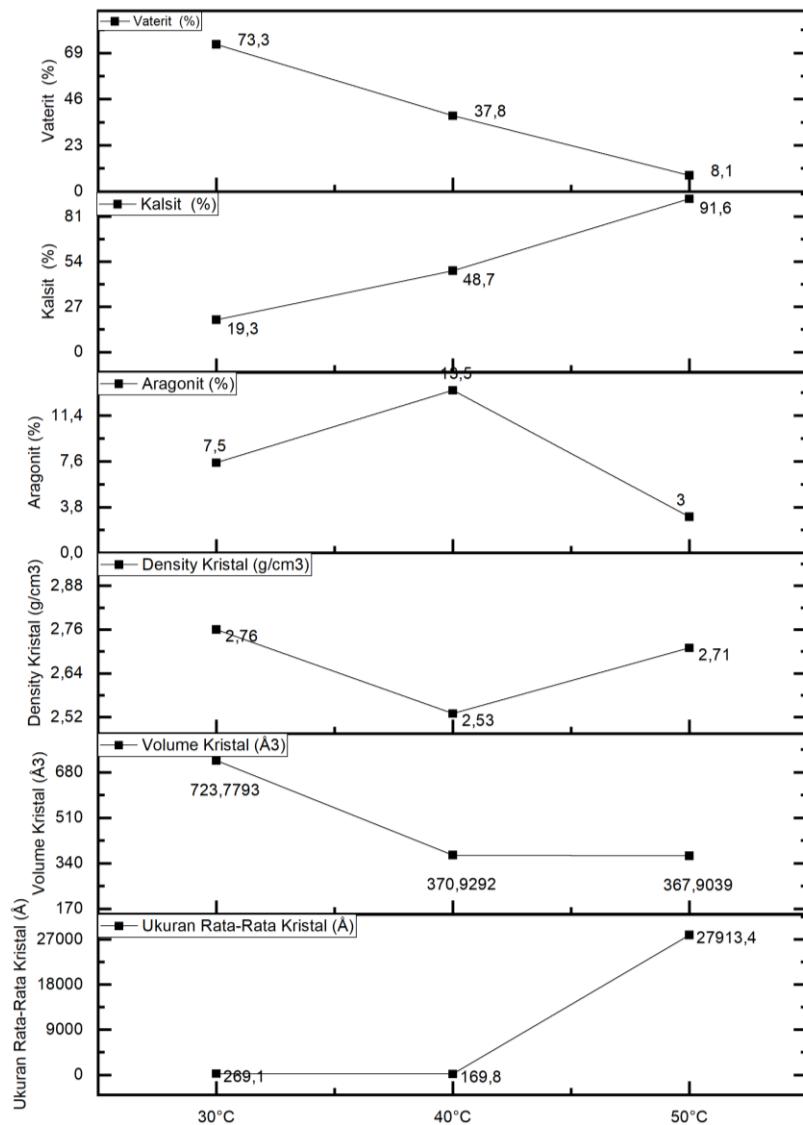
Karakteristik PCC	Temperatur Karbonasi		
	30°C	40°C	50°C
Ukuran Rata-Rata Kristal (Å)	269,1	169,8	27913,4
Volume Kristal (Å³)	723,7793	370,9292	367,9039
Density Kristal (g/cm³)	2,76	2,53	2,71
	Temperatur Karbonasi		

Karakteristik PCC		30°C	40°C	50°C
Persentase Kristalinitas (%)	Aragonit	7,5	13,5	0,3
	Kalsit	19,3	48,7	91,6
	Vaterit	73,3	37,8	8,1

Berdasarkan Tabel 4.4 Dominan persentase kristalinitas PCC pada variasi temperatur karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C secara berurutan yaitu 97,3%, 85.4%, dan 54.4%, serta ukuran kristal secara berurutan yaitu 179 Å, 480,3 Å, dan 27913,4 Å. Semakin tinggi temperatur karbonasi maka akan meningkatkan ukuran rata-rata kristal, *density* kristal, presentase kristalinitas aragonit dan kalsit, sedangkan presentase kristalinitas vaterit terus menurun, tetapi volume kristal mengalami penurunan pada temperatur karbonasi 50°C.

Menurut penelitian Azdarpour dkk. (2017) tentang pembuatan PCC dari *red gypsum* (gipsum merah) menggunakan NH₄HCO₃ sebagai sumber karbonasi dengan metode *pH-swing*, mengindikasikan bahwa semakin tinggi temperatur karbonasi, semakin tinggi pula pembentukan polimorf *precipitated calcium carbonate* fase kalsit dengan ukuran antara 1 μm – 200 nm dan semakin rendah temperatur karbonasi maka terbentuknya fase vaterit akan semakin rendah.

Penelitian yang dilakukan oleh Trushina dkk. (2014) mengenai sintesis CaCO₃ polimorf vaterit untuk *biomedical* dan perawatan dengan variasi temperatur karbonasi, menunjukkan bahwa pada suhu rendah (14°C-30°C) akan terbentuk vaterit dengan kemurnian tinggi, pada suhu menengah (40°C-50°C) akan terbentuk vaterit, kalsit, dan aragonit, serta pada temperatur tinggi (60°C) kristalinitas aragonit yang terbentuk akan meningkat. Perbandingan persentase kristalinitas vaterit, kalsit, aragonit, *density*, volume kristal, dan ukuran partikel pada setiap variasi PCC limbah asbuton dapat dilihat pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Perbandingan Pengaruh Variasi Temperatur Karbonasi Terhadap Persentase Kristalinitas, Density, Volume, dan Ukuran Rata-Rata PCC Limbah Asbuton

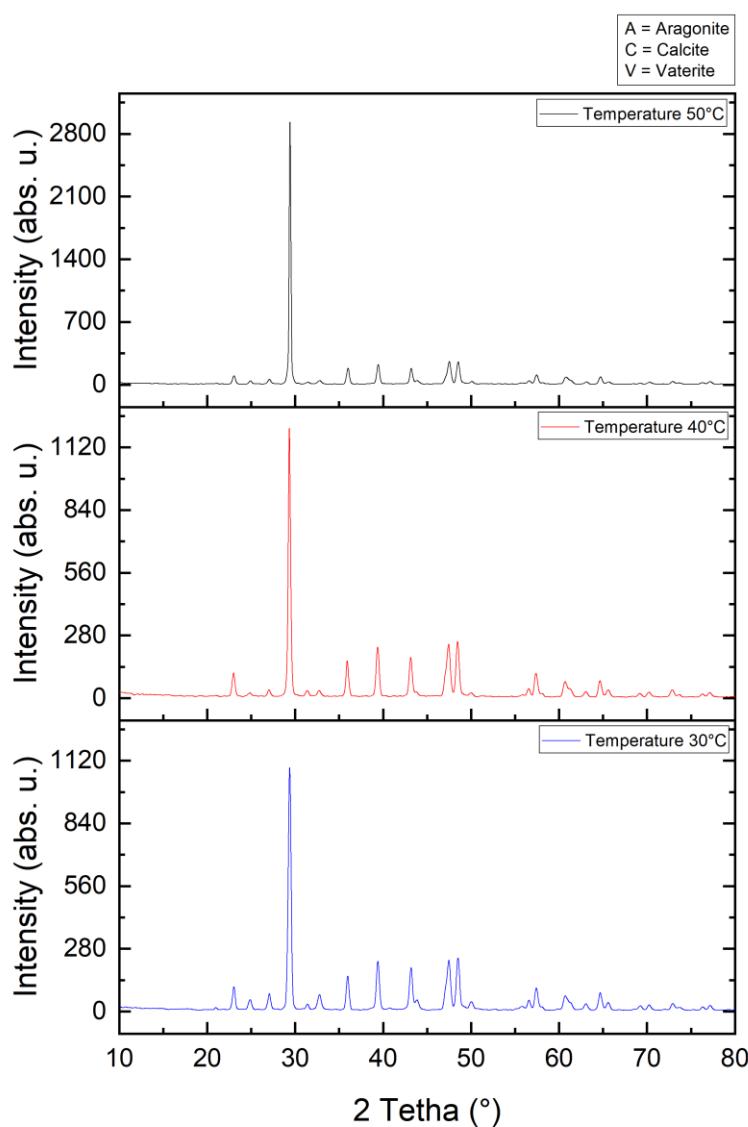
Pada sintesis PCC berbahan limbah ekstraksi asbuton ini dari ketiga variasi dibandingkan antara nilai $peak 2\theta$ dan intensitas relatif pada JCPDS kode 96-150-8972, JCPDS kode 96-901-3802, dan JCPDS kode 96-900-0969 untuk mengetahui jenis kristal yang terbentuk pada PCC limbah asbuton. Dari hasil analisis, ketiga jenis variasi memiliki dominasi fase vaterit dan kalsit dengan diikuti sedikit fasa aragonit. Hasil XRD limbah asbuton tersebut dibandingkan dengan 3 penelitian

yang berkaitan tentang sintesis *precipitated calcium carbonate* dengan variasi temperatur karbonasi. Penelitian oleh Azdarpour dkk. (2017) tentang sintesis *precipitated calcium carbonate* (PCC) dari *red gypsum* menggunakan NH_4HCO_3 sebagai sumber CO_2 dengan metode *pH-swing*, menunjukkan *peak* berada pada $2\theta = 26.99^\circ$, 32.78° , dan 43.84° . Penelitian oleh Wardhani dkk. (2018) menghasilkan PCC berbahan *limestone* dengan *peak* dominan pada $2\theta = 27.09^\circ$, 32.76° , dan 43.84° , hasil tersebut menunjukkan bahwa polimorf yang terbentuk adalah dominan vaterit dan kalsit. Sedangkan penelitian oleh Sadewa dkk. (2022) menunjukkan pengujian XRD terhadap presipitasi nanopartikel kalsium karbonat berbahan dasar limbah asbuton yang telah disintesis, di mana *peak* berada pada $2\theta = 25.2687^\circ$, 27.4363° , dan 33.1464° . Perbandingan *peaks* dominan antara hasil XRD PCC limbah asbuton dengan penelitian oleh Azdarpour dkk. (2017), Wardhani dkk. (2018), dan Sadewa dkk. (2022), ditunjukkan pada Tabel 4.5.

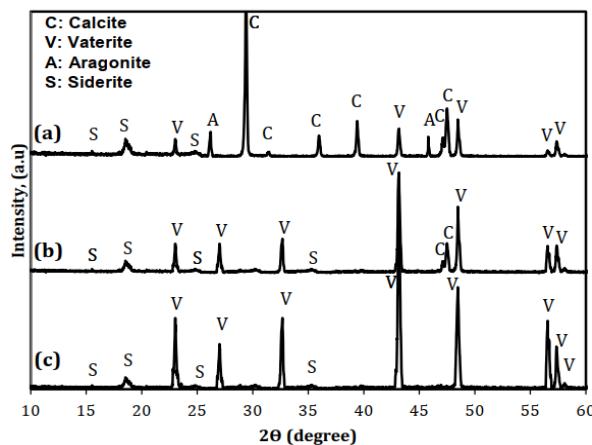
Tabel 4.5 Perbandingan Peaks Dominan PCC Limbah Asbuton Dengan Jurnal Acuan.

Peak s	$2\theta(^{\circ})$					
	PCC Berbahan <i>Red Gypsum</i> (Azdarpo ur dkk., 2017)	PCC Berbahan <i>Kerang</i> (Wardha ni dkk., 2018)	PCC Berbaha n Limbah Asbuton (Sadewa dkk., 2022)	PCC Limbah Asbuton Temperat ur Karbonasi 30°C	PCC Limbah Asbuton Temperat ur Karbonasi 40°C	PCC Limbah Asbuton Temperat ur Karbonasi 50°C
1	26.99°	27.09°	26.94°	29.39°	29.35°	29.42°
2	32.78°	32.76°	29.6°	48.52°	48.47°	48.45°
3	43.84°	43.84°	32.63°	47.48°	47.45°	47.53°

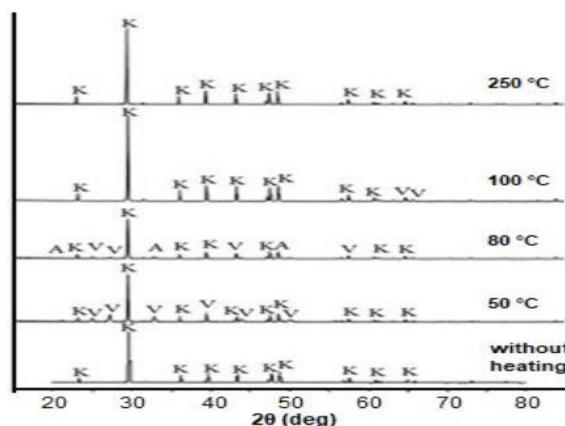
Difraktogram XRD dari PCC limbah asbuton dengan variasi temperatur karbonasi 30°C, temperatur karbonasi 40°C, dan temperatur karbonasi 50°C dapat dilihat pada Gambar 4.18 berikut. Difraktogram XRD untuk PCC berbahan *red gypsum* oleh Azdarpour dkk. (2017) ditunjukkan pada Gambar 4.19, difraktogram XRD untuk PCC *limestone* oleh Wardhani dkk. (2018) ditunjukkan pada Gambar 4.20, dan difraktogram XRD untuk PCC berbahan dasar limbah asbuton ditunjukkan pada Gambar 4.21.



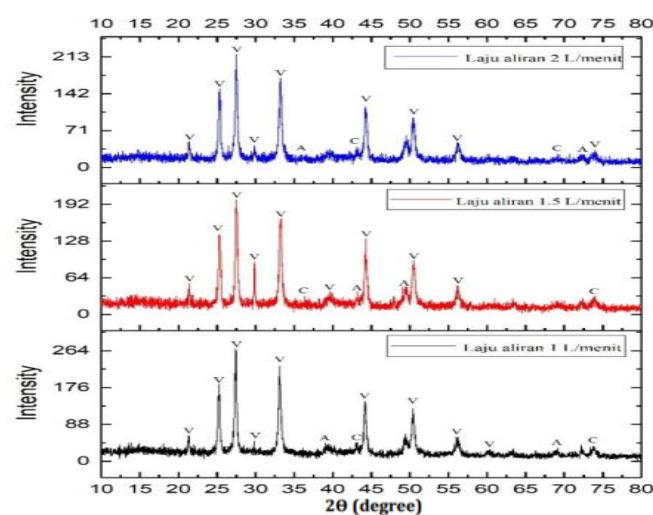
Gambar 4.18 Difraktogram XRD PCC Limbah Asbuton Dengan Variasi Temperatur Karbonasi 30°C, 40°C, dan 50°C



Gambar 4.19 Difraktogram PCC Berbahan Red Gypsum (Azdarpour dkk., 2017)



Gambar 4.20 Difraktogram PCC Berbahan Limestone (Wardhani dkk., 2018)



Gambar 4.21 Difraktogram PCC Berbahan Asbuton (Sadewa dkk., 2022)

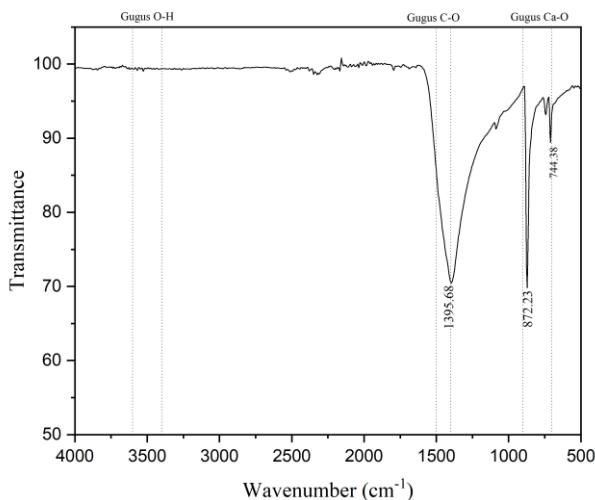
4.2.2 Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate* dengan FTIR

Karakterisasi FTIR pada PCC limbah asbuton dilaksanakan di laboratorium LIPI. Karakterisasi dilaksanakan pada interval nilai bilangan gelombang antara $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Nilai *wavenumber* yang muncul pada hasil pengujian FTIR PCC limbah asbuton tersebut dibandingkan dengan nilai standar interval ikatan gugus berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan. Gugus C–O menggunakan referensi dari penelitian oleh Berzina-Cimdina dan Borodajenko (2012), di mana interval gugus C–O berada pada rentang *wavenumber* 1500 cm^{-1} hingga 1400 cm^{-1} . Gugus Ca–O menggunakan referensi dari penelitian oleh Al Omari dkk. (2016), di mana interval gugus Ca–O berada pada rentang *wavenumber* 900 cm^{-1} sampai dengan 700 cm^{-1} . Gugus O–H berdasarkan pada penelitian oleh Suarsa (2016) berada pada rentang *wavenumber* 3600 cm^{-1} hingga 3400 cm^{-1} . Pita serapan karbonat dibagi menjadi empat daerah getaran yaitu urutan simetris ion karbonat (*symmetrical sequence of carbonate ions*) disekitar 1080 cm^{-1} (ν_1), serapan lentur diluar bidang (*flexural absorption outside the plane*) sekitar 870 cm^{-1} (ν_2), bentangan asimetris (*asymmetrical stretch*) sekitar 1400 cm^{-1} (ν_3), dan tekukan pada bidang (*bending on the plane*) sekitar 700 cm^{-1} (ν_4) (Frost dkk., 2002). Pita serapan tersebut digunakan untuk menentukan *polymorph precipitated calcium carbonate*. Berikut merupakan hasil pengujian FTIR PCC dengan variasi temperatur karbonasi 30°C , 40°C , dan 50°C .

1. Analisis FTIR PCC dengan Temperatur Karbonasi 30°C

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, sampel uji PCC limbah asbuton pada temperatur karbonasi 30°C menunjukkan puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm^{-1} (ν_3), 872.23 cm^{-1} (ν_2), dan 744.38 cm^{-1} (ν_4). Puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm^{-1} mengindikasikan adanya getaran gugus C–O pada CaCO_3 , dan pada *wavenumber* 872.23 cm^{-1} dan 744.38 cm^{-1} (ν_4) mengindikasikan adanya getaran gugus Ca–O pada CaCO_3 . Hasil karakterisasi FTIR PCC limbah asbuton pada temperatur karbonasi 30°C tidak mengindikasikan terdapat puncak getaran pada gugus O–H yang mengindikasikan bahwa PCC limbah asbuton variasi tersebut,

telah dicuci dan dikeringkan dengan baik, oleh karena itu tidak mengandung air (H_2O) maupun sisa kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm^{-1} (ν_3) mengindikasikan kandungan fase kalsit, 872.23 cm^{-1} (ν_2) dan 744.38 cm^{-1} (ν_4) mengindikasikan kandungan fase vaterit, dan tidak terlihat adanya kadar aragonit. Spektra FTIR PCC limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 30°C ditunjukkan pada Gambar 4.22.

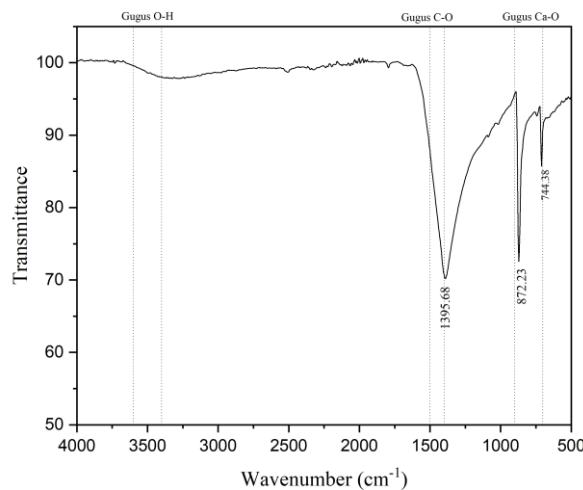


Gambar 4.22 Spektra PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C

2. Analisis FTIR PCC dengan Temperatur Karbonasi 40°C

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, sampel material PCC limbah asbuton pada temperatur karbonasi 40°C menunjukkan puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm^{-1} (ν_3), 872.23 cm^{-1} (ν_2), dan 744.38 cm^{-1} (ν_4). Puncak yang berada pada *wavenumber* 1395.68 cm^{-1} (ν_3) mengindikasikan adanya vibrasi gugus C–O pada CaCO_3 , dan *wavenumber* 872.23 cm^{-1} (ν_2) dan 744.38 cm^{-1} (ν_4) mengindikasikan getaran gugus Ca–O pada CaCO_3 . Hasil karakterisasi FTIR PCC limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 40°C tidak mengindikasikan adanya puncak getaran pada gugus O–H yang menunjukkan bahwa PCC limbah asbuton variasi ini telah dikeringkan dengan baik sehingga tidak mengandung air (H_2O) maupun sisa kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm^{-1} (ν_3) dan 744.38 cm^{-1} (ν_4) mengindikasikan kandungan fase kalsit, 872.23 cm^{-1} (ν_2)

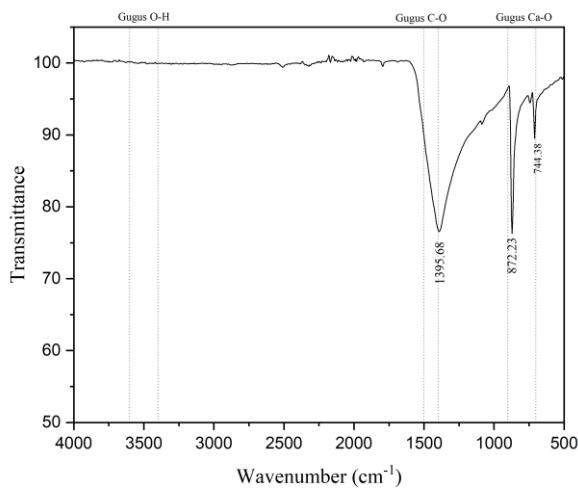
menunjukkan kandungan fase vaterit, dan tidak terlihat adanya kandungan aragonit. Spektra FTIR PCC limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 40°C ditunjukkan pada Gambar 4.23



Gambar 4.23 Spektra PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C

3. Analisis FTIR PCC dengan Temperatur Karbonasi 50°C

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, sampel PCC limbah asbuton pada temperatur karbonasi 50°C menunjukkan puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm⁻¹ (ν_3), 872.23 cm⁻¹ (ν_2), dan 744.38 cm⁻¹ (ν_4). Pada Puncak *wavenumber* 1395.68 cm⁻¹ mengindikasikan vibrasi gugus C–O pada CaCO₃, dan pada *wavenumber* 872.23 cm⁻¹, dan 744.38 cm⁻¹ (ν_4) mengindikasikan getaran gugus Ca–O yang ada pada CaCO₃. Hasil pengujian FTIR PCC limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 50°C tidak terdapat puncak getaran pada gugus O–H yang mengindikasikan bahwa PCC limbah asbuton variasi tersebut telah dicuci dan dikeringkan dengan baik sehingga tidak mengandung air (H₂O) maupun sisa kalsium hidroksida (Ca(OH)₂). Puncak pada *wavenumber* 1395.68 cm⁻¹ (ν_3) dan 744.38 cm⁻¹ (ν_4) mengindikasikan kandungan fase kalsit, 872.23 cm⁻¹ (ν_2) menunjukkan kandungan fase vaterit, dan tidak terlihat adanya kandungan aragonit. Spektra FTIR PCC limbah asbuton dengan temperatur karbonasi 50°C ditunjukkan pada Gambar 4.24.



Gambar 4.24 Spektra PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C

4. Perbandingan Karakterisasi FTIR PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi

Berdasarkan pengujian FTIR, ketiga sampel PCC limbah asbuton memiliki nilai puncak yang hampir sama. Gugus C–O pada sampel PCC variasi temperatur karbonasi 30°C berada pada *wavenumber* 1395.68 cm⁻¹ (*v3*), pada variasi temperatur karbonasi 40°C berada pada *wavenumber* 1395.68 cm⁻¹ (*v3*), dan pada variasi temperatur karbonasi 50°C berada pada *wavenumber* 1395.68 cm⁻¹ (*v3*). Gugus Ca–O pada sampel PCC variasi temperatur karbonasi 30°C berada pada *wavenumber* 872.73 cm⁻¹ (*v2*) dan 744.38 cm⁻¹ (*v4*), pada variasi temperatur karbonasi 50°C berada pada *wavenumber* 872.73 cm⁻¹ (*v3*) dan 744.38 cm⁻¹ (*v4*), dan pada variasi temperatur karbonasi 50°C berada pada *wavenumber* 872.23 cm⁻¹ (*v2*), dan 744.38 cm⁻¹ (*v4*). Pada ketiga variasi PCC limbah asbuton tidak mengindikasikan terdapat puncak pada gugus O–H, hal tersebut menunjukkan bahwa ketiga sampel telah dikeringkan dengan baik sehingga tidak memiliki kandungan H₂O maupun Ca(OH)₂.

Hasil FTIR PCC limbah asbuton kemudian dibandingkan nilai *wavenumber* dengan penelitian tentang PCC yang pernah dilakukan. Chen and Xiang (2008) melakukan penelitian tentang sintesis CaCO₃ berbahan dasar CaCl₂ dengan sumber

karbonasi NH_4HCO_3 dengan variasi temperatur karbonasi 30-80°C. Penelitian ini didapatkan hasil pengujian FTIR menunjukkan vaterit pada puncak *wavenumber* 877 cm^{-1} (ν_2) dan 744 cm^{-1} (ν_4), kalsit pada puncak *wavenumber* 848 cm^{-1} (ν_2) dan 714 cm^{-1} (ν_4), dan puncak pada *wavenumber* 854 cm^{-1} (ν_2), 712 cm^{-1} (ν_4), dan 700 cm^{-1} (ν_4) menunjukkan fasa aragonit, Puncak pada *wavenumber* ν_2 menunjukkan vibrasi pada gugus Ca–O, dan hasil penelitian tidak mengindikasikan terdapat puncak pada gugus O–H yang mengindikasikan bahwa PCC yang dihasilkan tidak memiliki serapan air.

Penelitian dari Wardhani dkk. (2018) tentang sintesis PCC berbahan *limestone* dengan variasi temperatur karbonasi, pada PCC tersebut menunjukkan puncak pada *wavenumber* 800 cm^{-1} , 1400 cm^{-1} , 2400 cm^{-1} . Puncak pada bilangan gelombang 800 cm^{-1} mengindikasikan getaran pada gugus Ca–O dan mengandung fasa kalsit , puncak pada *wavenumber* 1400 cm^{-1} mengindikasikan getaran pada gugus C–O dan mengandung fasa vaterit, dan puncak pada *wavenumber* 2400 cm^{-1} menunjukkan fasa kalsit .

Sedangkan penelitian oleh Sadewa dkk. (2022) mengkarakterisasi PCC dari limbah aspal buton metode karbonasi dengan variasi aliran gas CO_2 . Hasil pengujian FTIR pada penelitian ini menunjukkan puncak pada *wavenumber* 1440.74 cm^{-1} (ν_3), 873.87 cm^{-1} (ν_2), 1438.33 cm^{-1} (ν_3), 874.29 cm^{-1} (ν_2), 1465.48 cm^{-1} (ν_3), dan 874.25 cm^{-1} (ν_2). Seluruh puncak *wavenumber* pada penelitian ini menunjukkan fasa vaterit. Puncak pada bilangan gelombang 873.87 cm^{-1} (ν_2), 874.29 cm^{-1} (ν_2), dan 874.25 cm^{-1} (ν_2) menunjukkan vibrasi pada gugus Ca–O. puncak pada *wavenumber* 1440.74 cm^{-1} (ν_3), 1438.33 cm^{-1} (ν_3), dan 1465.48 cm^{-1} (ν_3) menunjukkan vibrasi pada gugus C–O dan hasil penelitian tidak mengindikasikan terdapat puncak pada fungsi gugus O–H yang mengindikasikan bahwa PCC yang dihasilkan tidak memiliki serapan air.

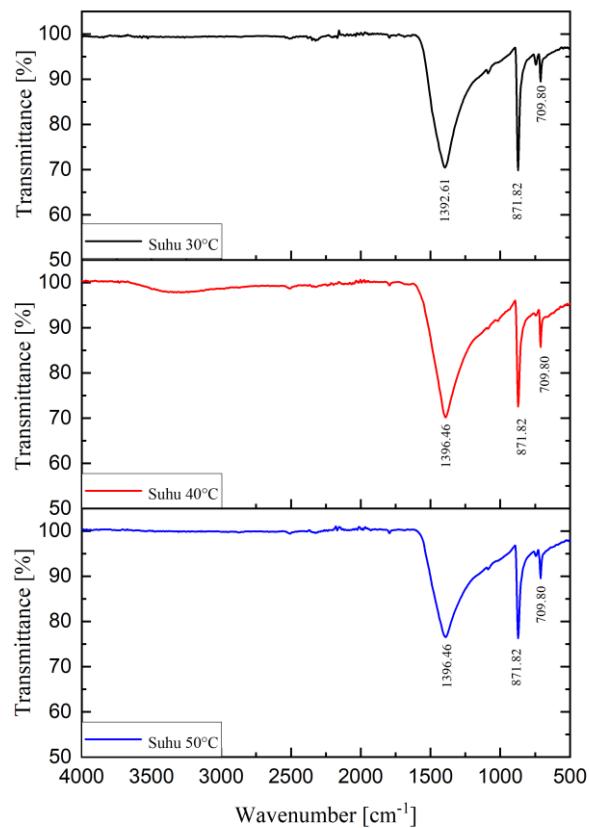
Perbandingan antara nilai *wavenumber* FTIR PCC limbah asbuton yang dihasilkan dengan standar interval gugus serta nilai *wavenumber* FTIR penelitian oleh Chan dan Xiang (2009) , Wardhani dkk. (2018), dan penelitian oleh Sadewa dkk. (2022) ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Perbandingan Wavenumber PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi Dengan Penelitian Lain.

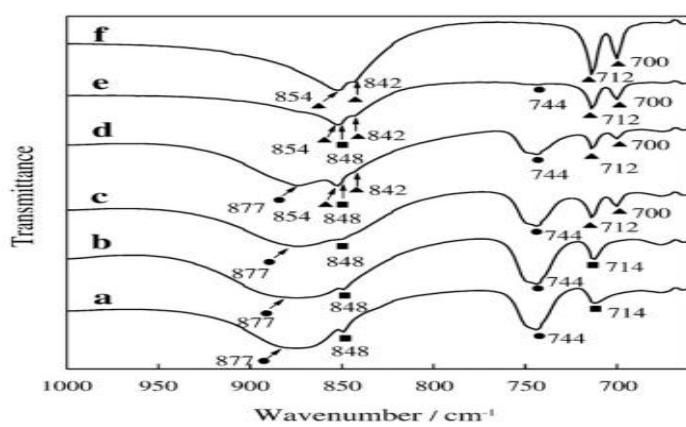
Gugus Fungsi	Daerah Getaran	Wavenumber (cm^{-1})					
		PCC Bahan CaCl ₂ (Chan dan Xiang., 2008)	PCC Bahan <i>Limestone</i> (Wardhani dkk., 2018)	PCC Bahan Limbah Aspal Buton (Sadewa dkk., 2022)	PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C	PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C	PCC Limbah Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C
Ca-O	ν_1	-	-	-	-	-	-
Ca-O	ν_2	848, 854, 877	800	873.87, 874.29, 874.25	872.23	872.23	872.23
C-O	ν_3	-	1400	1440.74, 1438.33, 1465.48	1395,68	1395,68	1395,68
Ca-O	ν_4	700, 712, 714, 744	-	-	744.38	744.38	744.38

Perbandingan FTIR PCC limbah asbuton antara ketiga variasi temperatur karbonasi ditunjukkan pada Gambar 4.25. Hasil spektra inframerah oleh Chan dan Xiang (2008) dengan sampel PCC berbahan dasar CaCl₂ dengan sumber karbonasi NH₄HCO₃ dengan variasi temperatur karbonasi 30-80°C ditunjukkan pada Gambar 4.26. Hasil spektra inframerah oleh Wardhani dkk. (2018) dengan sampel PCC berbahan *limestone* dengan variasi temperatur karbonasi ditunjukkan pada Gambar

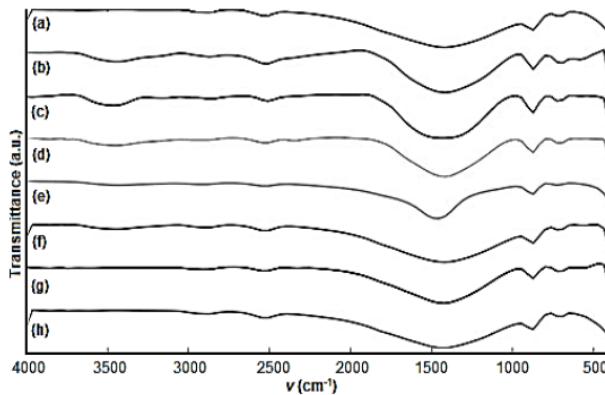
4.27, dan hasil FTIR Sadewa dkk. (2022) PCC dari limbah asbuton metode karbonasi dengan variasi laju alir gas CO₂ pada Gambar 4.28.



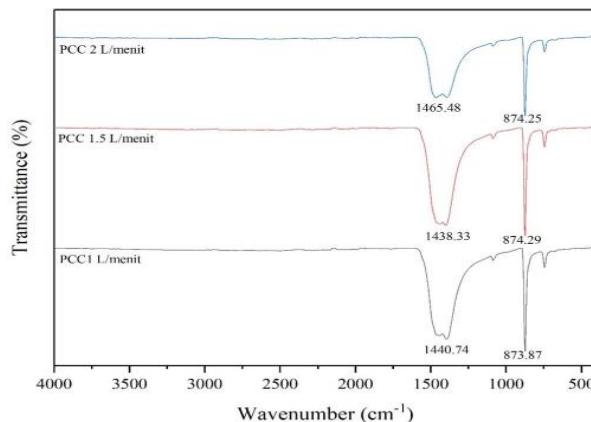
Gambar 4.25 Spektra Inframerah (IR) PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi



Gambar 4.26 Spektra Inframerah PCC CaCl₂ (Chen dan Xiang., 2008)



Gambar 4.27 Spektra Inframerah PCC Limestone (Wardhani dkk., 2018)



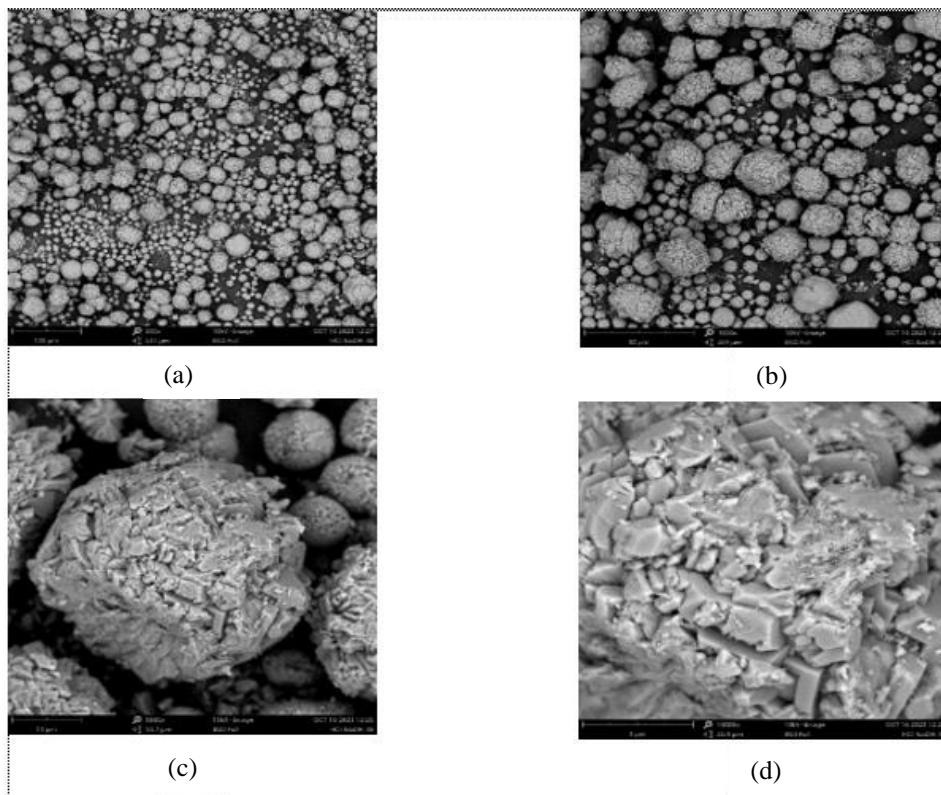
Gambar 4.28 Spektra Inframerah PCC Limbah Asbuton (Sadewa dkk., 2022)

4.2.3 Karakterisasi *Precipitated Calcium Carbonate* dengan SEM

Untuk mempelajari lebih lanjut morfologi endapan kalsium karbonat yang dihasilkan dari limbah ekstraksi asbuton dengan temperatur karbonasi yang berbeda, digunakan karakterisasi *scanning electron microscopy* (SEM). Menurut Jamarun dkk. (2007), Kalsit memiliki formasi kristal yang *rhombohedral*, berbentuk kubus, *scalenohedral*, dan prismatic di antara banyak fitur morfologi jenis polimorf PCC. Vaterit biasanya berbentuk bulat, tetapi aragonit berkelompok dan berbentuk seperti jarum. Berikut adalah temuan karakterisasi SEM *precipitated calcium carbonate* yang dihasilkan dari bahan limbah ekstraksi asbuton dengan temperatur karbonasi yang bervariasi.

1. Analisis SEM PCC dengan Temperatur Karbonasi 30°C

Morfologi PCC limbah ekstraksi asbuton temperatur karbonasi 30°C pada perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X dapat dilihat pada Gambar 4.29.

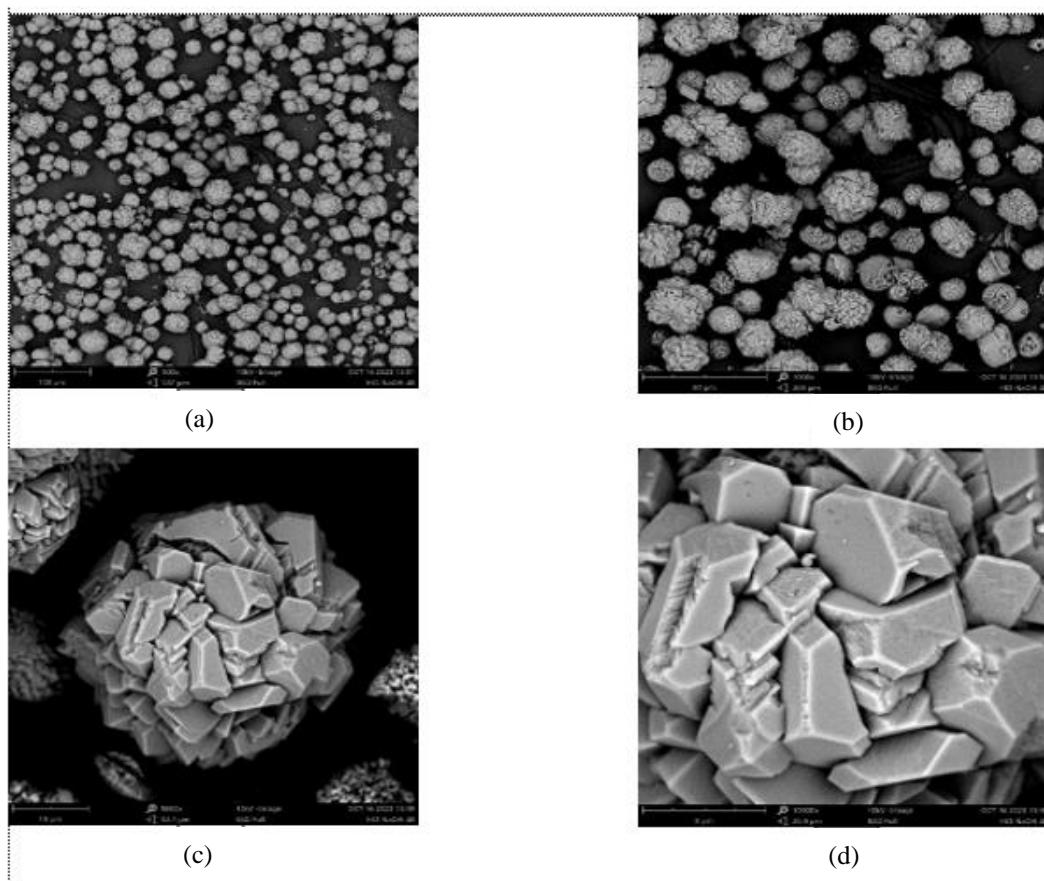


Gambar 4.29 Morfologi PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C Dengan Perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X

Hasil pengujian SEM pada sampel PCC limbah ekstraksi asbuton temperatur karbonasi 30°C terlihat bentuk morfologi *spherical* dan sedikit rhombohedral. Diketahui bahwa Sebagian besar bentuk partikel yang didapatkan berbentuk *spherical* sehingga membuktikan bahwa jenis kristal yang terbentuk kebanyakan adalah vaterit. Bentuk rhombohedral terlihat sedikit pada hasil pengujian SEM, sehingga membuktikan bahwa PCC yang didapatkan mengandung sedikit kalsit. Sedangkan bentuk *cluster* yang menandakan adanya aragonit sedikit terlihat pada sampel PCC temperatur karbonasi 30°C.

2. Analisis SEM PCC dengan Temperatur Karbonasi 40°C

Morfologi PCC limbah ekstraksi asbuton temperatur karbonasi 40°C pada perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X dapat dilihat pada Gambar 4.30.



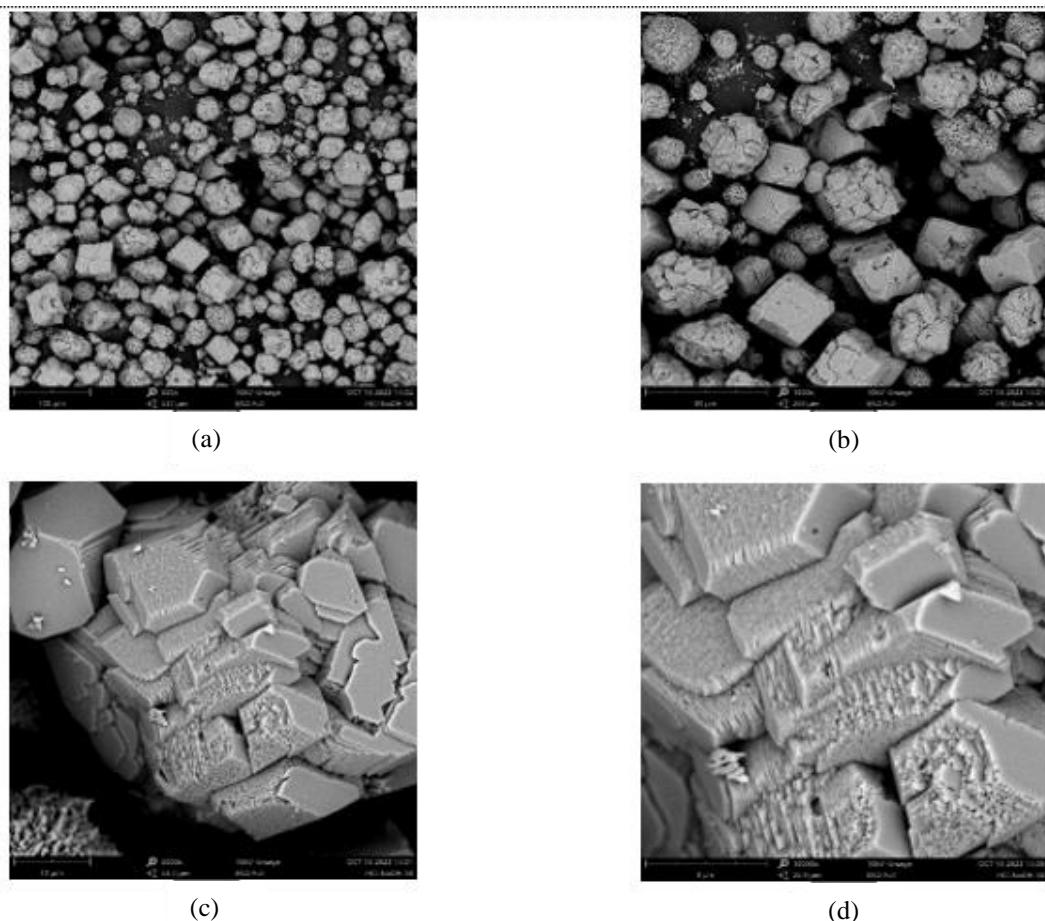
Gambar 4.30 Morfologi PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C Dengan Perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X

Hasil pengujian SEM pada sampel PCC limbah ekstraksi asbuton temperatur karbonasi 40°C terlihat bentuk morfologi *spherical* dan *rhombohedral*. Diketahui bahwa bentuk partikel yang didapatkan berbentuk *spherical* sehingga membuktikan bahwa jenis kristal yang terbentuk adalah vaterit. Bentuk *rhombohedral* juga terlihat pada hasil pengujian SEM, sehingga membuktikan bahwa PCC yang didapatkan mengandung kalsit. Sedangkan bentuk *cluster* yang

menandakan adanya aragonit sedikit terlihat pada sampel PCC temperatur karbonasi 40°C.

3. Analisis SEM PCC dengan Temperatur Karbonasi 50°C

Morfologi PCC limbah ekstraksi asbuton temperatur karbonasi 50°C pada perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X dapat dilihat pada Gambar 4.31.



Gambar 4.31 Morfologi PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C Dengan Perbesaran (a) 500X, (b) 1000X, (c) 5000X, dan (d) 10000X

Hasil pengujian SEM pada sampel PCC limbah ekstraksi asbuton temperatur karbonasi 50°C terlihat bentuk morfologi *spherical* dan *rhombohedral*. Diketahui bahwa bentuk partikel yang didapatkan berbentuk *rhombohedral*

sehingga membuktikan bahwa jenis kristal yang terbentuk adalah kalsit. Bentuk *spherical* juga terlihat pada hasil pengujian SEM, sehingga membuktikan bahwa PCC yang didapatkan mengandung vaterit. Sedangkan bentuk *cluster* yang menandakan adanya aragonit masih belum terlihat pada sampel PCC temperatur karbonasi 50°C.

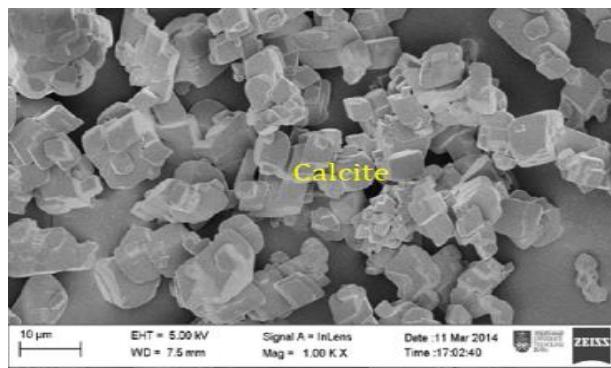
4. Perbandingan Karakterisasi SEM PCC Limbah Asbuton Variasi Temperatur Karbonasi

Hasil pengujian SEM ketiga variasi temperatur karbonasi menunjukkan bahwa bentuk morfologi vaterit dan kalsit sangat dominan dari pada aragonit, bahkan bentuk morfologi aragonit tidak terlihat dalam hasil pengujian SEM tersebut. Untuk menvalidasi hasil tersebut, maka dilakukan dengan membandingkan hasil pengujian SEM dengan penelitian sebelumnya yang sesuai dengan bahan dan parameter yang divariasikan. Azdarpour dkk. (2017), melakukan penelitian tentang sintesis PCC berbahan *red gypsum* menggunakan NH_4HCO_3 sebagai sumber CO₂ dengan metode *pH-swing*. Hasil pengujian sem pada temperatur karbonasi 75°C pada penelitian tersebut menunjukkan bahwa sebagian besar morfologi yang terlihat adalah kalsit, tanpa terlihat vaterit dan aragonit.

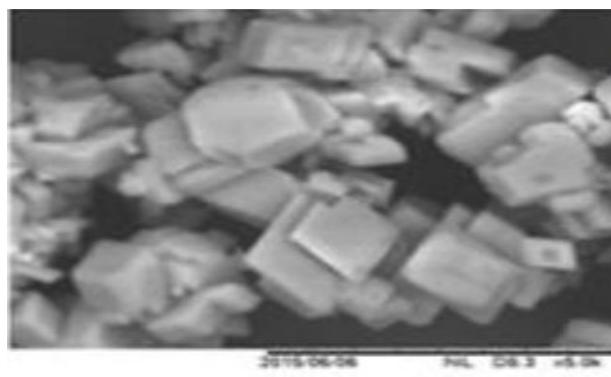
Wardhani dkk. (2018) melakukan penelitian tentang pengaruh laju aliran CO₂ dan temperatur karbonasi dengan bahan *limestone*, hasil pengujian SEM membuktikan bahwa sebagian besar morfologi yang terlihat adalah campuran vaterit dan kalsit, akan tetapi semakin meningkat suhu, morfologi kalsit akan terlihat lebih banyak dibandingkan vaterit.

Sadewa dkk. (2022), melakukan penelitian tentang sintesis PCC berbahan limbah asbuton dengan variasi laju alir CO₂. Hasil pengujian sem pada seluruh variasi laju aliran CO₂ pada penelitian tersebut menunjukkan bahwa sebagian besar morfologi yang terlihat adalah vaterit. Hasil pengujian SEM berbahan *red gypsum* oleh Azdarpour dkk., (2017) ditunjukkan pada Gambar 4.32. Hasil pengujian SEM PCC berbahan *limestone* oleh Wardhani dkk. (2018) ditunjukkan pada Gambar

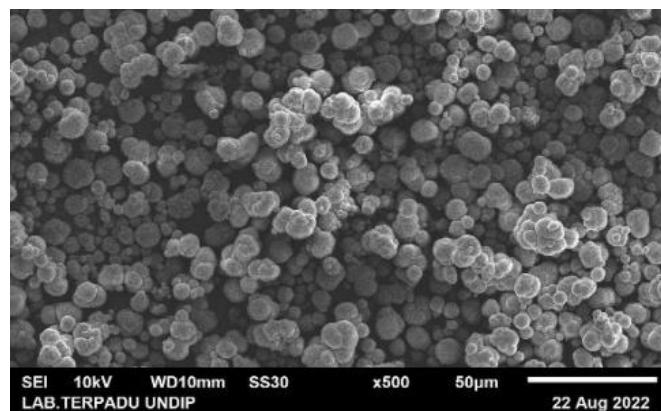
4.33, hasil pengujian SEM PCC dari asbuton oleh Sadewa dkk. (2022) ditunjukkan pada Gambar 4.34.



Gambar 4.32 Hasil Pengujian SEM PCC Berbahan Red Gypsum (Azdarpour dkk., 2017)



Gambar 4.33 Hasil Pengujian SEM PCC Berbahan Limestone (Wardhani dkk., 2018)



Gambar 4.34 Hasil Pengujian SEM PCC Berbahan Asbuton (Sadewa dkk., 2022)

4.3 Standar Kualitas PCC

Setiap produk yang telah dihasilkan tentu harus memenuhi standar yang telah ditentukan agar bisa berguna dan dimanfaatkan dengan baik. *Precipitated calcium carbonate* memiliki beberapa standar yang diperlukan dalam dunia industri. Standar yang umum digunakan pada *precipitated calcium carbonate* adalah ISO 3262-6:1998. Perbandingan kualitas *precipitated calcium carbonate* limbah ekstraksi asbuton dengan metode *pH-swing* dengan standar ISO 3262-6:1998 disajikan dalam bentuk Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Kualitas PCC limbah ekstraksi asbuton berdasarkan ISO 3262-6:1998.

Karakteristik	Syarat Kualitas	PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 30°C	PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 40°C	PCC Limbah Ekstraksi Asbuton Temperatur Karbonasi 50°C
Kemurnian (%)	96-99.9	77.3	48.7	91.6
pH	8.5 - 10.5	9.86	9.38	8.91
Berat Jenis (g/cm ³)	2.54	2.76	2.53	2.71
Penampilan	Serbuk Putih	Ya	Ya	Ya

Berdasarkan Tabel 4.7, ketiga sampel PCC tersebut memenuhi karakteristik penampilan dan pH, sedangkan karakteristik kemurnian dan berat jenis hanya dipenuhi oleh sampel PCC dengan temperatur karbonasi 30°C. Karakteristik penampilan mampu dicapai oleh semua variasi temperatur karbonasi dengan penampilan serbuk putih. Setiap variasi telah memenuhi syarat pH pada rentang 8.5 – 10.5 dengan nilai pH pada variasi temperatur karbonasi 30°C yaitu 9.86, pH pada variasi temperatur karbonasi 40°C yaitu 9.38, dan nilai pH pada variasi temperatur karbonasi 50°C yaitu 8.91. Pada karakteristik berat jenis, ada dua

variasi temperatur karbonasi 40°C dan 50°C yang memenuhi persyaratan berat jenis dalam rentang 2.52-2.74 g/cm³ dengan berat jenis masing-masing sebesar 2.53 g/cm³ dan 2.71 g/cm³. Ketiga variasi tidak ada yang memenuhi kemurnian 96-99%, hanya pada variasi 50°C yang mendekati kemurnian yaitu di angka 91.6%.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi *precipitated calcium carbonate* berbahan dasar asbuton menggunakan asam klorida sebagai pelarut dengan metode *pH-swing* dengan variasi temperatur karbonasi, sehingga dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Sintesis dan karakterisasi *precipitated calcium carbonate* menggunakan bahan dasar limbah asbuton dengan variasi temperatur karbonasi berhasil dilakukan untuk mengetahui perubahan karakteristik kristal. Proses sintesis dilakukan menggunakan metode *pH-swing* dengan mengekstraksi limbah asbuton terkalsinasi dengan asam klorida dan NaOH serta menggunakan NH_4HCO_3 sebagai sumber CO_3^{2-} .
2. Variasi temperatur karbonasi berpengaruh terhadap karakteristik PCC yang dihasilkan. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan semakin meningkat temperatur karbonasi maka ukuran rata-rata, serta persentase kristalinitas kalsit mengalami peningkatan, sementara presentase kristalinitas vaterite mengalami penurunan. Pada pengujian FTIR menunjukkan adanya gugus CaO dan CO serta puncak *wavenumber* menunjukkan dominasi kristal kalsit dan vaterite. Hasil pengujian SEM menunjukkan morfologi kalsit (kubus) meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur karbonasi.
3. Variasi temperatur karbonasi 50°C paling optimal untuk memenuhi semua standar ISO 3262-6:1998.

5.2 Saran

Setelah dilakukan penelitian sintesis *precipitated calcium carbonate* berbahan dasar limbah asbuton menggunakan pelarut asam klorida dengan metode

pH-swing, terdapat beberapa saran yang dapat membantu dan membangun dalam penelitian selanjutnya. Saran yang bisa diberikan adalah sebagai berikut.

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut dalam sintesis PCC berbahan limbah asbuton untuk memudahkan pengontrolan kristal PCC dalam proses sintesis sehingga memiliki kemurnian tinggi, efisiensi tinggi, dan dapat diaplikasikan sesuai dengan fungsi PCC.
2. Pada penelitian selanjutnya dapat memvariasikan temperatur karbonasi yang lebih tinggi untuk mendapatkan polimorf dan karakteristik yang berbeda.

DAFTAR PUSTAKA

- Addadi, L., Raz, S., & Weiner, S. (2003). Taking advantage of disorder: amorphous calcium carbonate and its roles in biomineralization. *Advanced Materials*, 15(12), 959-970.
- Ahn, J.-W., Kim, J.-H., Park, H.-S., Kim, J.-A., Han, C., dan Kim, H. (2005). Synthesis of single phase aragonite precipitated calcium carbonate in $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-NaOH}$ reaction system. *Korean J. Chem. Eng.*, 22, 852–856
- Akilal, N., Lemaire, F., Bercu, N. B., Sayen, S., Gangloff, S. C., Khelfaoui, Y., ... Kerdjoudj, H. (2019). Cowries derived aragonite as raw biomaterials for bone regenerative medicine. *Materials Science and Engineering: C*, 94, 894–900. doi:10.1016/j.msec.2018.10.039
- Al Omari, M. M. H., Rashid, I. S., Qinna, N. A., Jaber, A. M., & Badwan, A. A. (2016). Calcium carbonate. *Profiles of drug substances, excipients and related methodology*, 41, 31-132.
- Al Omari, M. M. H., Rashid, I. S., Qinna, N. A., Jaber, A. M., dan Badwan, A. A. (2016). Calcium Carbonate. Dalam *Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology* (Vol. 41, hlm. 31–132). Academic Press Inc. <https://doi.org/10.1016/bs.podrm.2015.11.003>
- Ali, A., Chiang, Y. W., & Santos, R. M. (2022). X-ray diffraction techniques for mineral characterization: A review for engineers of the fundamentals, applications, and research directions. *Minerals*, 12(2), 205.
- Apriliani, F. N., Baqiya, M. A., dan Darminto. (2012). Pengaruh penambahan larutan MgCl_2 pada sintesis kalsium karbonat presipitat berbahan dasar batu kapur dengan metode karbonasi. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 1(1), 30–34.
- Azdarpoor, A., Karaei, M. A., Hamidi, H., Mohammadian, E., Barati, M., & Honarvar, B. (2017). CO_2 sequestration using red gypsum via pH-swing process: Effect of carbonation temperature and NH_4HCO_3 on the process efficiency. *International Journal of Mineral Processing*, 169, 27–34. doi:10.1016/j.minpro.2017.09.014
- Berger, C., Dandeu, A., Carteret, C., Humbert, B., Muhr, H., Plasari, E., dan Bossoutrot, J. M. (2009). Relations for the determination of the polymorphic composition of calcium carbonate precipitated in saturated sodium chloride solutions. *Chemical Engineering Transactions*, 17, 681–686
- Berzina-Cimdina, L., & Borodajenko, N. (2012). Research of calcium phosphates using Fourier transform infrared spectroscopy. *Infrared spectroscopy-materials science, engineering and technology*, 12(7), 251-263.
- Boyjoo, Y., Pareek, V. K., & Liu, J. (2014). *Synthesis of micro and nano-sized calcium carbonate particles and their applications*. *J. Mater. Chem. A*, 2(35), 14270–14288. doi:10.1039/c4ta02070g
- Brady, J. E., Jespersen, N. D., dan Senese, F. A. (2009). *Chemistry: The Study of Matter and Its Changes*. John Wiley dan Sons

- Bucher, K., Grapes, R., Bucher, K., & Grapes, R. (2011). Metamorphism of dolomites and limestones. *Petrogenesis of metamorphic rocks*, 225-255.
- Bukreeva, T. V., Marchenko, I. V., Borodina, T. N., Degtev, I. V., Sitnikov, S. L., Moiseeva, Y. V., ... Kovalchuk, M. V. (2011). *Calcium carbonate and titanium dioxide particles as a basis for container fabrication for brain delivery of compounds*. *Doklady Physical Chemistry*, 440(1), 165–167. <https://doi:10.1134/s001250161109003x>
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, & Aboul-Enein, H. Y. (2015). *X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299. <https://doi:10.1080/10408347.2014.949616>
- Camiletti, J., Soliman, A. M., & Nehdi, M. L. (2012). *Effects of nano- and micro-limestone addition on early-age properties of ultra-high-performance concrete*. *Materials and Structures*, 46(6), 881–898. <https://doi:10.1617/s11527-012-9940-0>
- Chen, J., & Xiang, L. (2009). *Controllable synthesis of calcium carbonate polymorphs at different temperatures*. *Powder Technology*, 189(1), 64–69. <https://doi:10.1016/j.powtec.2008.06.004>
- CHOUDHARY, O., Kalita, P. C., Doley, P. J., & Kalita, A. (2017). 1. SCANNING ELECTRON MICROSCOPE-ADVANTAGES AND DISADVANTAGES IN IMAGING COMPONENTS by OP CHOUDHARY, PC KALITA, PJ DOLEY AND A. KALITA. *LIFE SCIENCES LEAFLETS*, 85, 1-to.
- Chuajiw, W., Takatori, K., Igarashi, T., Hara, H., & Fukushima, Y. (2014). *The influence of aliphatic amines, diamines, and amino acids on the polymorph of calcium carbonate precipitated by the introduction of carbon dioxide gas into calcium hydroxide aqueous suspensions*. *Journal of Crystal Growth*, 386, 119–127. <https://doi:10.1016/j.jcrysGro.2013.10.00>
- CNN. (2010). Cadangan Aspal Buton?, diakses di: CNN.com (tanggal akses 7/7/2023)
- Cosentino, I., Restuccia, L., Ferro, G. A., Liendo, F., Deorsola, F., & Bensaid, S. (2019). *Evaluation of the mechanical properties of cements with fillers derived from the CO₂ reduction of cement plants*. *Procedia Structural Integrity*, 18, 472–483. <https://doi:10.1016/j.prostr.2019.08.18>
- de Leeuw, N. H., & Parker, S. C. (1998). Surface structure and morphology of calcium carbonate polymorphs calcite, aragonite, and vaterite: an atomistic approach. *The Journal of Physical Chemistry B*, 102(16), 2914–2922.
- Degen, T., Sadki, M., Bron, E., König, U., dan Nénert, G. (2014). The high score suite. *Powder Diffraction*, 29, S13–S18. <https://doi.org/10.1017/S0885715614000840>
- Devenney, M., Fernandez, M., & Morgan, S. O. (2015). *U.S. Patent No. 9,133,581*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Ding, Y., Liu, Y., Ren, Y., Yan, H., Wang, M., Wang, D., ... Guo, H. (2018). *Controllable synthesis of all the anhydrous CaCO₃ polymorphs with various morphologies in CaCl₂ -NH₃ -CO₂ aqueous system*. *Powder Technology*, 333, 410–420. <https://doi:10.1016/j.powtec.2018.04.056>

- Dizaj, S. M., Barzegar-Jalali, M., Zarrintan, M. H., Adibkia, K., dan Lotfipour, F. (2015b). Calcium carbonate nanoparticles as cancer drug delivery system. *Expert Opinion on Drug Delivery*, 12(10), 1649–1660. <https://doi.org/10.1517/17425247.2015.1049530>
- Dutta, A. (2017). Fourier transform infrared spectroscopy. *Spectroscopic methods for nanomaterials characterization*, 73-93.
- Efendy, A., & Ahyudanari, E. (2019). Analisis Perbandingan Kadar Aspal Optimum (KAO) untuk Perbedaan Gradasi (BBA, FAA dan BM). *Jurnal Aplikasi Teknik Sipil*, 17(1), 7-12.
- Elfina, S., & Renedi, W. (2019). Pembuatan dan analisis precipitate calcium carbonate dari batu kapur dengan metode karbonasi. *SAINTI: Majalah Ilmiah Teknologi Industri*, 16(1), 7-12.
- Eloneva, S., Teir, S., Salminen, J., Fogelholm, C.-J., & Zevenhoven, R. (2008). *Fixation of CO₂ by carbonating calcium derived from blast furnace slag*. *Energy*, 33(9), 1461–1467. <https://doi:10.1016/j.energy.2008.05.003>
- Farmasi Unida Gontor. (2020). Peran Fourier Transform Infrared (FT-IR) dalam Bidang Farmasi?, diakses di: <https://farmasi.unida.gontor.ac.id> (tanggal akses 17/7/2023)
- Farrag, N. M., Bayoumi, R. A., & Mohamed, T. A. (2022). Factorial analysis of nano-precipitated calcium carbonate via a carbonation route using Solvay wastewater. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 6, 100236. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2022.100236>
- Frikha, N., Sellami, J., Muhr, H., & Plasari, E. (2005). Study on the Influence of Citrate Ion Concentration and Non-stoichiometric Ratio on the Crystal Growth Kinetics of Calcium Carbonate (Calcite).
- Frost, R. L., Martens, W. N., Rintoul, L., Mahmutagic, E., and Kloprogge, J. T, (2002), Raman spectroscopic study of azurite and malachite at 298 and 77 K. *Journal of Raman Spectroscopy*, 33(4), pp. 252–259.
- Gerdemann, S. J., O'Connor, W. K., Dahlin, D. C., Penner, L. R., & Rush, H. (2007). *Ex Situ Aqueous Mineral Carbonation*. *Environmental Science & Technology*, 41(7), 2587–2593. <https://doi:10.1021/es0619253>
- Hadiwisastra, S. (2009). Tinjauan kondisi aspal alam dalam cekungan Buton. *Jurnal Riset Geologi dan Pertambangan*, 19(1), 49–57.
- Hannig, M., & Hannig, C. (2012). Nanotechnology and its role in caries therapy. *Advances in dental research*, 24(2), 53-57.
- Harahap, A. W., Helwani, Z., Zultiniar, dan Yelmida. (2015). Sintesis hidroksiapit melalui precipitated calcium carbonate (PCC) cangkang kerang darah dengan metode hidrotermal pada variasi pH dan waktu reaksi. *Jom FTEKNIK*, 2(2), 1–8.
- Hargis, C. W., Telesca, A., & Monteiro, P. J. M. (2014). *Calcium sulfoaluminate (Ye'elite) hydration in the presence of gypsum, calcite, and vaterite*. *Cement and Concrete Research*, 65, 15–20. <https://doi:10.1016/j.cemconres.2014.07.004>
- Hasyir, H. A. A., & Wasono, S. B. (2020). Analysis mixed layer asphalt surface as asbuton AC-WC characteristics of marshall. *IJIEEB International Journal*

- of Integrated Education, Engineering and Business eISSN 2615-1596 pISSN 2615-2312, 3(2), 132-143.*
- Hu, Z., Shao, M., Li, H., Cai, Q., Zhong, C., Xianming, Z., & Deng, Y. (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. <https://doi:10.1163/156855109x434720>
- IEA. (2021). *Global Energy Review 2021*. www.iea.org/tdanc/
- Inkson, B. J. (2016). Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization. In *Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods* (pp. 17-43). Woodhead publishing.
- Jamarun, N., dan Arief, S. (2005). Pengaruh temperatur karbonasi pada pembentukan PCC. *Jurusan Teknik Kimia Andalas*, 11(1).
- Jamarun, N., Yulfitrin, dan Arief, S. (2007). Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dari Batu Kapur Dengan Metoda Kaustik Soda. *Jurnal Riset Kimia*, 1(1), 20–24.
- Janz, M., dan Johansson, S.-E. (2002). *Svensk Djupstabilisering The Function of Different Binding Agents in Deep Stabilization*. <http://www.swedgeo.se/sd.htm>
- Jimoh, O. A., Ariffin, K. S., Hussin, H. B., dan Habeeb, A. A. (2016). Characterization and assessment of Okpella metacarbonate deposit in Nigeria. *Carbonates and Evaporites*, 32(4), 513–524. <https://doi.org/10.1007/s13146-016-0308-3>
- Jimoh, O. A., Ariffin, K. S., Hussin, H. bin, dan Temitope, A. E. (2018). Synthesis of precipitated calcium carbonate: A review. *Carbonates and Evaporites*, 33(2), 331–346. <https://doi.org/10.1007/s13146-017-0341-x>
- John, J. M., Wan Alwi, S. R., Liew, P. Y., Omoregbe, D. I., dan Narsingh, U. (2022). A comprehensive carbon dioxide reduction framework for industrial site using pinch analysis tools with a fuel cell configuration. *Journal of Cleaner Production*, 362. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.132497>
- Kafabih, A., & Wedyantadji, B. (2020). Penggunaan aspal buton pada campuran AC-WC (asphalt concrete-wearing course). *STUDENT JOURNAL GELAGAR*, 2(2), 36-44.
- Kawano, J., Shimobayashi, N., Miyake, A., & Kitamura, M. (2009). Precipitation diagram of calcium carbonate polymorphs: its construction and significance. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 21(42), 425102. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/21/42/425102>
- Kemendikbud. (2020). Scanning Electron Microscope?, diakses di: <https://kebudayaan.kemendikbud.go.id> (tanggal akses 7/7/2023)
- Kenny, M., dan Oates, T. (2007). Lime and Limestone. Dalam *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Wiley-VCH Verlag GmbH dan Co. KGaA. https://doi.org/10.1002/14356007.a15_317.pub2.

- Kilic, O. (2015). Cycle of Limestone-lime and Precipitated Calcium Carbonates. *12th Mining and Geotechnology Scientific Conference at "44. jump over the leather".*, 1–5.
- Kim, C., Yoo, C. J., Oh, H. S., Min, B. K., & Lee, U. (2022). Review of carbon dioxide utilization technologies and their potential for industrial application. *Journal of CO₂ Utilization*, 65, 102239. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2022.102239>
- Kramer, G. J., & Haigh, M. (2009). No quick switch to low-carbon energy. *Nature*, 462(7273), 568–569. <https://doi:10.1038/462568a>
- Krisnawan, A. (2009). Karakterisasi sampel paduan magnesium jenis AZ91D dengan berbagai variasi waktu milling menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) dan X-RAY Difraction (XRD).
- Kurniaji. (2010). Kajian ekstraksi asbuton, Bandung: Pusat Litbang Jalan dan Jembatan
- Li, L., Yang, Y., Lv, Y., Yin, P., & Lei, T. (2020). Porous calcite CaCO₃ microspheres: Preparation, characterization and release behavior as doxorubicin carrier. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 186, 110720. <https://doi:10.1016/j.colsurfb.2019.110720>
- Liendo, F., Arduino, M., Deorsola, F. A., & Bensaid, S. (2020). Optimization of CaCO₃ synthesis through the carbonation route in a packed bed reactor. *Powder Technology*. <https://doi:10.1016/j.powtec.2020.09.036>
- Liendo, F., Arduino, M., Deorsola, F. A., & Bensaid, S. (2022). Factors controlling and influencing polymorphism, morphology and size of calcium carbonate synthesized through the carbonation route: A review. *Powder Technology*, 398, 117050. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.117050>
- Liu, W., Teng, L., Rohani, S., Qin, Z., Zhao, B., Xu, C. C., Ren, S., Liu, Q., dan Liang, B. (2021). CO₂ mineral carbonation using industrial solid wastes: A review of recent developments. *Chemical Engineering Journal*, 416. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129093>
- Lubis, A. K., Kumalasari, D., & Nurdin, A. (2022). Pengaruh Variasi Jumlah Lintasan Pemadatan Terhadap Kepadatan Perkerasan Asphalt Concrete Binder Course. *Jurnal Talenta Sipil*, 5(1), 85-92.
- Ma, M., Yan, Y., Qi, C., Qi, S., Chern, S., Shang, G., ... Chen, H. (2017). Symmetry-breaking assembled porous calcite microspheres and their multiple dental applications. *Science China Materials*, 60(6), 516–528. <https://doi:10.1007/s40843-017-9038-5>
- Mattila, H. P., & Zevenhoven, R. (2014). Production of precipitated calcium carbonate from steel converter slag and other calcium-containing industrial wastes and residues. In *Advances in inorganic chemistry* (Vol. 66, pp. 347-384). Academic Press.
- Muljani, S., Saputra, E. A., & Sumada, K. (2021). Transformation of Calcium Carbonate Polymorph From Various Type of Shells by Carbonation Methods. *Reaktor*, 21(1), 27-34.
- Murali, B., Vijaya Ramnath, B., & Chandramohan, D. (2017). Crash Test Analysis on Natural Fiber Composite Materials for Head Gear. *Indian Journal of*

- Science and Technology*, 10(8), 15. <https://doi:10.17485/ijst/2017/v10i8/1084>
- Myers, C. A., Nakagaki, T., & Akutsu, K. (2019). *Quantification of the CO₂ mineralization potential of ironmaking and steelmaking slags under direct gas-solid reactions in flue gas*. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 87, 100–111. <https://doi:10.1016/j.ijggc.2019.05.021>
- Nagaki, W., Doki, N., Yokota, M., Yamashita, K., Kojima, T., & Tanaka, T. (2021). Control of Crystal Size and Morphology of Calcium Carbonate Crystal Polymorphism. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, 9(04), 38. <https://doi.org/10.4236/msce.2021.94005>
- Nagalli, A., Schneider, E. D., Porfírio, M. A. S., Schroh, M. R., Schamne, A. N., Martins, L. R. R., & Mymrine, V. (2015). Potential of environmental contamination associated with disposal of asphalt waste in soil. *The Electronic Journal of Geotechnical Engineering*, 20, 6041-6051.
- Nakamura, J., Poologasundarampillai, G., Jones, J. R., & Kasuga, T. (2013). *Tracking the formation of vaterite particles containing aminopropyl-functionalized silsesquioxane and their structure for bone regenerative medicine*. *Journal of Materials Chemistry B*, 1(35), 4446. <https://doi:10.1039/c3tb20589d>
- Nugroho, N. A., Umawiranda, G. S., dan Muljani, S. (2022b). Karakterisasi presipitasi kalsium karbonat dari limbah cangkang keong emas dengan metode presipitasi. *Seminar Nasional Teknik Kimia Soebardjo Brotohardjono XVIII*, 138–142. <http://snsb.upnjatim.ac.id/>;
- Nuryanto, A. (2010). Aspal Buton (Asbuton) Sebagai Bahan Bakar Roket Padat. *Jurnal Teknologi Dirgantara*, 7(1).
- Ozekmekci, M., dan Copur, M. (2020). Synthesis of CaCO₃and trimethyl borate by reaction of ulexite and methanol in the presence of CO₂. *Journal of CO₂ Utilization*, 42, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2020.101321>
- Palanikumar, K., AshokGandhi, R., Raghunath, B. K., & Jayaseelan, V. (2019). *Role of Calcium Carbonate(CaCO₃) in improving wear resistance of Polypropylene(PP) components used in automobiles*. *Materials Today: Proceedings*, 16, 1363–1371. <https://doi:10.1016/j.matpr.2019.05.237>
- Pambudi, A., Farid, M., & Nurdiansah, H. (2017). Analisa Morfologi dan Spektroskopi Infra Merah Serat Bambu Betung (Dendrocalamus Asper) Hasil Proses Alkalisisasi Sebagai Penguat Komposit Absorbsi Suara. *Jurnal Teknik ITS*, 6(2), F435-F440.
- Pandey, S., Srivastava, V. C., & Kumar, V. (2020). Comparative thermodynamic analysis of CO₂ based dimethyl carbonate synthesis routes. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*. <https://doi:10.1002/cjce.23893>
- Park, W. K., Ko, S.-J., Lee, S. W., Cho, K.-H., Ahn, J.-W., & Han, C. (2008). *Effects of magnesium chloride and organic additives on the synthesis of aragonite precipitated calcium carbonate*. *Journal of Crystal Growth*, 310(10), 2593–2601. <https://doi:10.1016/j.jcrysgr.2008.01.023>
- Pérez-Villarejo, L., Takabait, F., Mahtout, L., Carrasco-Hurtado, B., Eliche-Quesada, D., & Sánchez-Soto, P. J. (2018). Synthesis of vaterite CaCO₃ as

- submicron and nanosized particles using inorganic precursors and sucrose in aqueous medium. *Ceramics International*, 44(5), 5291–5296. <https://doi:10.1016/j.ceramint.2017.12.14>
- Physics. (2022). Metode XRD Untuk Analisis Material?, diakses di: <https://www.thinksphysics.com> (tanggal akses 7/7/2023)
- Pusparizkita, Y. M., Schmahl, W. W., Ambarita, M., Kholid, H. N., Sadewa, A. Y., Ismail, R., ... & Bayuseno, A. P. (2023). Mineralizing CO₂ and producing polymorphic calcium carbonates from bitumen-rock asphalt manufacturing solid residues. *Cleaner Engineering and Technology*, 12, 100602. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2023.100602>
- Randelabi, D. P., & Rachman, R. (2020). Pengujian Karakteristik Campuran HRS-Base Menggunakan LGA Sebagai Pengganti Aspal Minyak. *Paulus Civil Engineering Journal*, 2(1), 16-22.
- Rauf, I., Samang, L., Harianto, T., & Arsyad, A. (2019). Pengaruh Pemeraman terhadap Nilai Kuat Tekan Bebas Tanah Lempung Stabilisasi Limbah Aspal Buton. Seminar Nasional Teknik Sipil IX 2019.
- Reddy, K. R., Gopakumar, A., & Chetri, J. K. (2019). *Critical review of applications of iron and steel slags for carbon sequestration and environmental remediation. Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*. <https://doi:10.1007/s11157-018-09490-w>
- Rupani, A., Hidalgo-Bastida, L. A., Rutten, F., Dent, A., Turner, I., & Cartmell, S. (2012). *Osteoblast activity on carbonated hydroxyapatite*. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 100A(4), 1089–1096. doi:10.1002/jbm.a.34037
- Sadewa, A. Y., Bayuseno, A. P., & Ismail, R. (2021). SINTESIS DAN KARAKTERISASI PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) DARI LIMBAH EKSTRAKSI ASPAL BUTON MENGGUNAKAN PELARUT ASAM ASETAT (CH₃COOH) DENGAN METODE KARBONASI. *JURNAL TEKNIK MESIN*, 9(3), 443-448.
- Saulat, H., Cao, M., Khan, M. M., Khan, M., Khan, M. M., & Rehman, A. (2020). *Preparation and applications of calcium carbonate whisker with a special focus on construction materials*. *Construction and Building Materials*, 236, 117613. <https://doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.11>
- Setiawan, A., & Rahman, R. (2011). Studi penggunaan asbuton butir pada campuran beton aspal binder course (AC-BC). *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Transportasi*, 1(2), 99-118.
- Shang Wenyu, Liu Qingfeng, He Enguang, & Chen Shoutian. (n.d.). Study on properties of polymers packed by aragonite whisker. Proceedings of the 6th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials (Cat. No.00CH36347). <https://doi:10.1109/icpadm.2000.875722>
- Sijabat, S., Priyulida, F., Adiansyah, dan Dabukke, H. (2020). Pengenalan aplikasi origin versi 6.0 di SMK N 5 Medan. *Jurnal Abdimas Mutiara*, 1(1), 69–75.
- Suarsa, I. W. (2016). *Analisis gugus fungsi pada bensin dengan spektrofotometri infra merah* [Karya Tulis]. Universitas Udayana.

- Suarsa, I. W., & SUARSA, I. W. (2017). Analisis Gugus Fungsi pada Bensin dengan Spektrofotometri Infra Merah.
- Suaryana, N. (2016). Performance evaluation of stone matrix asphalt using Indonesian natural rock asphalt as stabilizer. *International Journal of Pavement Research and Technology*, 9(5), 387-392.
- Suaryana, N. (2018). Evaluasi kinerja campuran beraspal dengan bitumen hasil ekstraksi penuh dari asbuton. *Media Komunikasi Teknik Sipil*, 24(1), 62–70. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.32354.38080>
- Sun, P., Grace, J. R., Lim, C. J., & Anthony, E. J. (2008). A discrete-pore-size-distribution-based gas-solid model and its application to the $\text{CaO}+\text{CO}_2$ reaction. *Chemical Engineering Science*, 63(1), 57–70. <https://doi:10.1016/j.ces.2007.08.054>
- Surianti, S., & Agus, I. (2021). Ekstraksi Aspal BUTON dengan Menggunakan Asam Cuka. *Jurnal MEDIA INOVASI Teknik Sipil Unidayan*, 10(1).
- Svenskaya, Y. I., Fattah, H., Inozemtseva, O. A., Ivanova, A. G., Shtykov, S. N., Gorin, D. A., & Parakhonskiy, B. V. (2017). Key Parameters for Size- and Shape-Controlled Synthesis of Vaterite Particles. *Crystal Growth & Design*, 18(1), 331–337. <https://doi:10.1021/acs.cgd.7b01328>
- Teir, S., Eloneva, S., dan Zevenhoven, R. (2005). Production of precipitated calcium carbonate from calcium silicates and carbon dioxide. *Energy Conversion and Management*, 46(18–19), 2954–2979. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2005.02.009>
- Titus, D., Samuel, E. J. J., & Roopan, S. M. (2019). Nanoparticle characterization techniques. In *Green synthesis, characterization and applications of nanoparticles* (pp. 303-319). Elsevier.
- Trushina, D. B., Bukreeva, T. V., Kovalchuk, M. V., & Antipina, M. N. (2014). *CaCO_3 vaterite microparticles for biomedical and personal care applications*. *Materials Science and Engineering: C*, 45, 644–658. <https://doi:10.1016/j.msec.2014.04.050>
- Ulkeryildiz, E., Kilic, S., & Ozdemir, E. (2017). Nano- CaCO_3 synthesis by jet flow. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 512, 34–40. <https://doi:10.1016/j.colsurfa.2016.10.0373>
- Vagenas, N. (2003). Quantitative analysis of synthetic calcium carbonate polymorphs using FT-IR spectroscopy. *Talanta*, 59(4), 831–836. [https://doi:10.1016/s0039-9140\(02\)00638-0](https://doi:10.1016/s0039-9140(02)00638-0)
- Venkatesan, J., & Kim, S. K. (2010). *Effect of Temperature on Isolation and Characterization of Hydroxyapatite from Tuna (*Thunnus obesus*) Bone*. *Materials*, 3(10), 4761–4772. <https://doi:10.3390/ma3104761>
- Vernon-Parry, K. D. (2000). Scanning electron microscopy: an introduction. *III-Vs review*, 13(4), 40-44.
- Wardhani, S., Prasetya, F., Khunur, M. M., Purwonugroho, D., & Prananto, Y. P. (2018). Effect of CO_2 Flow Rate and Carbonation Temperature in the Synthesis of Crystalline Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from Limestone. *Indonesian Journal of Chemistry*, 18(4), 573-579.

- Wijayanto, S. O., & Bayuseno, A. P. (2013). Analisis kegagalan material pipa ferrule nickel alloy n06025 pada waste heat boiler akibat suhu tinggi berdasarkan pengujian: mikrografi dan kekerasan. *Jurnal Teknik Mesin*, 1(4), 33-39.
- Woodall, C. M., McQueen, N., Pilorgé, H., & Wilcox, J. (2019). *Utilization of mineral carbonation products: current state and potential. Greenhouse Gases: Science and Technology*, 9(6), 1096–1113. <https://doi:10.1002/ghg.1940>
- Xu, A.-W., Antonietti, M., Cölfen, H., & Fang, Y.-P. (2006). *Uniform Hexagonal Plates of Vaterite CaCO₃ Mesocrystals Formed by Biomimetic Mineralization. Advanced Functional Materials*, 16(7), 903–908. <https://doi:10.1002/adfm.200500716>
- Zikri, A., Amri, A., Zultiniar, dan Yelmida. (2015). Sintesa precipitated calcium carbonate (PCC) dari cangkang kerang darah (anadara granosa) dengan variasi jenis asam dan waktu karbonasi. *JOM FTEKNIK*, 2(2), 1–6.

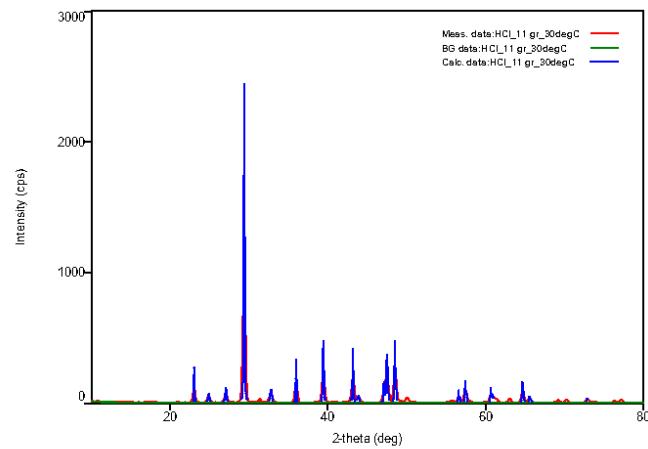
LAMPIRAN

Peak List

General information

Analysis date	2023/10/16 09:43:17	Measurement date	
Sample name	HCl_11 gr_30degC	Operator	2023/10/13 10:53:18
File name	HCl_11 gr_30degC.ras		
Comment			administrator

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	23.032(12)	3.8583(19)	235(44)	0.074(13)	23.6(14)	0.10(2)	1.1(7)
2	24.904(15)	3.572(2)	47(20)	0.19(2)	10.6(9)	0.23(11)	2.8(11)
3	27.086(7)	3.2894(8)	76(25)	0.209(17)	18.2(12)	0.24(9)	2.6(19)
4	29.385(5)	3.0371(5)	1856(124)	0.136(4)	300(5)	0.162(13)	1.9(3)
5	32.79(4)	2.729(3)	71(24)	0.25(3)	22.8(14)	0.32(13)	1.9(17)
6	35.974(8)	2.4945(5)	279(48)	0.113(7)	35.6(15)	0.13(3)	2.2(6)
7	39.402(8)	2.2850(5)	408(58)	0.115(8)	61(2)	0.15(3)	2.2(7)
8	43.130(4)	2.09573(18)	390(57)	0.089(6)	48.8(19)	0.13(2)	0.46(6)
9	43.78(2)	2.0660(10)	45(19)	0.21(3)	12.8(12)	0.29(15)	0.45(16)
10	47.091(13)	1.9283(5)	143(35)	0.142(15)	23.4(14)	0.16(5)	1.2(4)
11	47.466(11)	1.9139(4)	316(51)	0.163(10)	59(2)	0.19(4)	1.2(3)
12	48.503(3)	1.87537(10)	410(58)	0.124(6)	65(2)	0.16(3)	4.1(12)
13	56.570(11)	1.6256(3)	90(27)	0.100(10)	10.3(9)	0.11(4)	2.0(11)
14	57.409(13)	1.6038(3)	153(36)	0.136(11)	23.6(15)	0.15(5)	1.9(7)
15	60.654(10)	1.5255(2)	111(30)	0.104(15)	17.4(14)	0.16(6)	1.8(8)
16	60.922(14)	1.5195(3)	36(17)	0.19(5)	12.5(14)	0.3(2)	0.2(2)
17	64.667(5)	1.44021(11)	153(36)	0.109(9)	22.8(11)	0.15(4)	2.9(6)
18	65.519(9)	1.42353(18)	49(20)	0.134(17)	8.2(7)	0.17(8)	0.44(16)
19	72.89(3)	1.2967(4)	35(17)	0.18(3)	7.1(9)	0.20(13)	1.3(9)

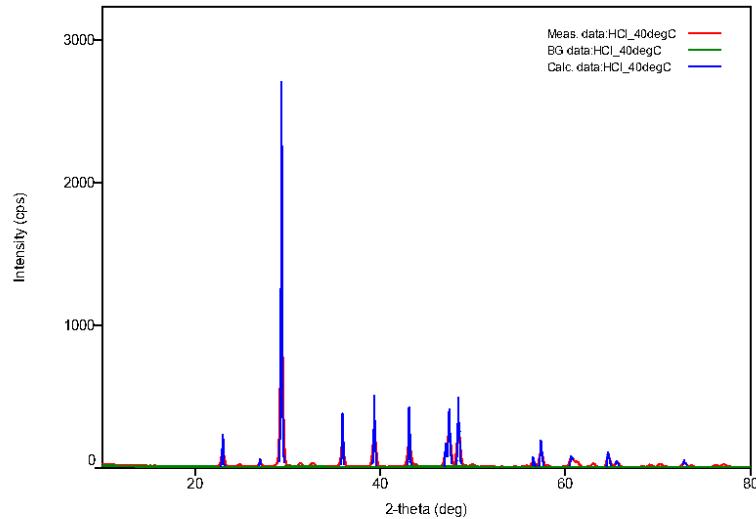
Peak List

General Information

Analysis date 2023/10/16 09:45:43
Sample name HCl_40degC
File name HCl_40degC.ras
Comment

Measurement date 2023/10/13 09:59:15
Operator administrator

Measurement profile



Peak list

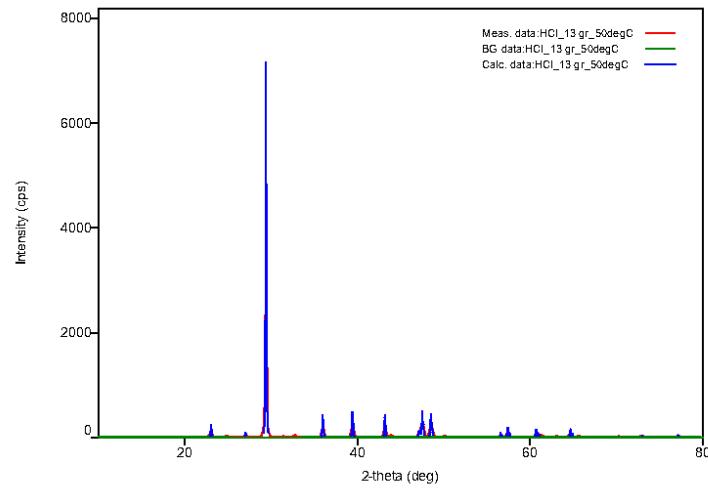
No.	2-theta(deg)	d(ång.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	23.014(13)	3.861(2)	161(37)	0.136(10)	25.3(12)	0.16(4)	2.6(11)
2	27.015(11)	3.2979(13)	48(20)	0.09(4)	7.4(8)	0.15(8)	1.0(13)
3	29.358(4)	3.0398(4)	2054(131)	0.127(4)	321(5)	0.156(12)	2.5(4)
4	35.910(4)	2.4988(2)	347(54)	0.082(7)	42.0(15)	0.12(2)	0.45(6)
5	39.346(6)	2.2881(3)	467(62)	0.098(7)	62.0(18)	0.13(2)	0.59(17)
6	43.118(7)	2.0963(3)	396(57)	0.094(6)	49.0(18)	0.12(2)	1.3(4)
7	47.064(10)	1.9293(4)	152(36)	0.111(11)	20.4(15)	0.13(4)	1.5(5)
8	47.481(10)	1.9141(4)	326(52)	0.172(11)	68(2)	0.20(4)	2.3(6)
9	48.466(4)	1.87674(15)	413(59)	0.135(6)	72(2)	0.17(3)	3.1(3)
10	56.500(17)	1.6274(4)	68(24)	0.107(15)	9.1(8)	0.13(6)	0.6(5)
11	57.357(12)	1.6051(3)	176(38)	0.135(12)	29.6(14)	0.17(4)	1.6(6)
12	60.58(2)	1.5272(5)	73(25)	0.20(5)	29.0(17)	0.40(16)	0.3(3)
13	64.607(14)	1.4414(3)	101(29)	0.165(13)	18.2(11)	0.18(6)	1.0(3)
14	66.55(3)	1.4230(5)	41(18)	0.16(3)	8.7(9)	0.21(12)	1.8(12)
15	72.84(3)	1.2974(4)	42(19)	0.16(2)	8.4(8)	0.20(11)	2.4(16)

Peak List

General information

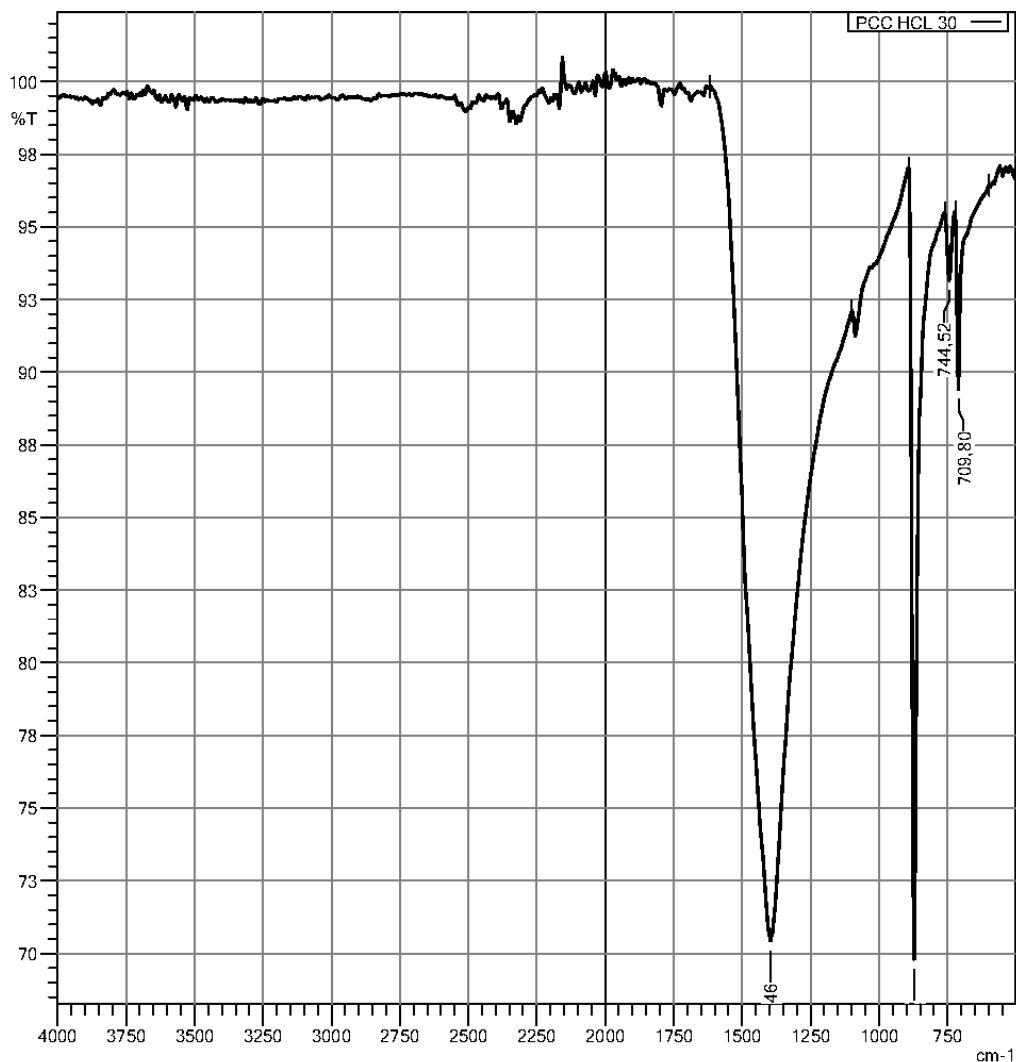
Analysis date 2023/10/16 09:44:29
Sample name HCl_13 gr_50degC
File name HCl_13 gr_50degC.ras
Comment Measurement date 2023/10/13 10:15:44
Operator administrator

Measurement profile

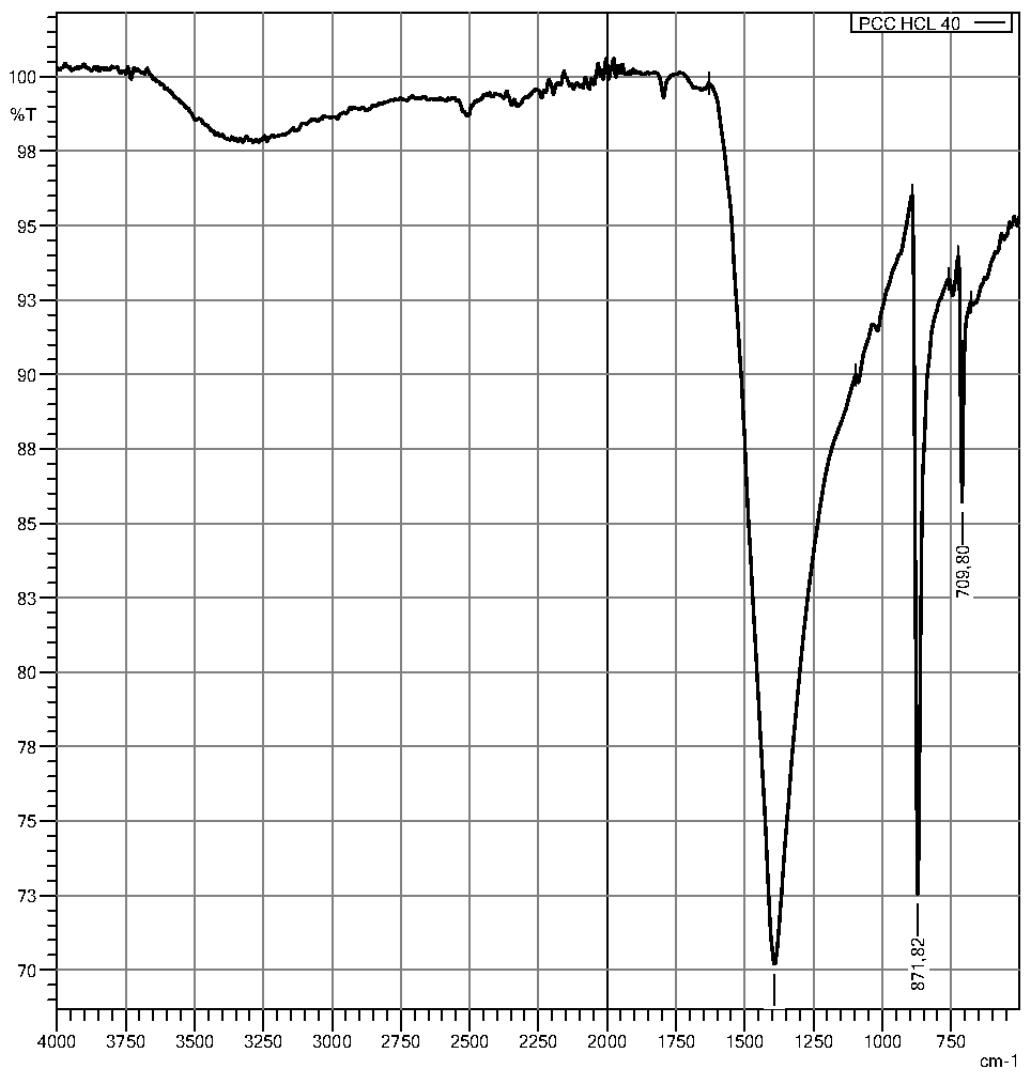


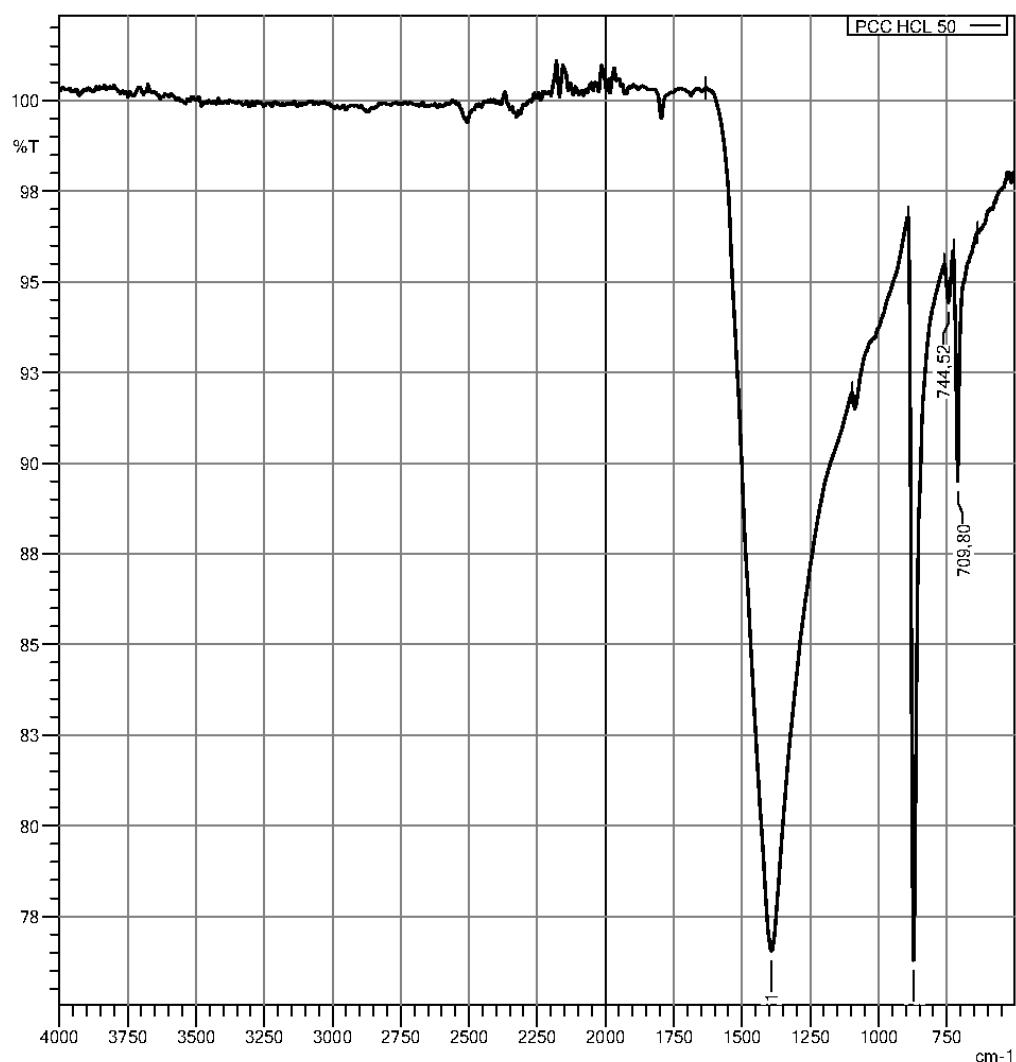
Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	23.049(7)	3.8556(11)	197(41)	0.081(9)	23.5(13)	0.12(3)	0.62(13)
2	27.032(15)	3.2958(18)	83(26)	0.11(4)	15.8(10)	0.19(7)	0.7(5)
3	29.423(3)	3.0333(3)	5943(223)	0.100(3)	746(10)	0.125(6)	2.0(3)
4	32.80(2)	2.7279(17)	39(18)	0.17(3)	12.4(11)	0.32(17)	2.2(8)
5	36.010(2)	2.49205(15)	357(55)	0.104(5)	44.5(15)	0.12(2)	3.9(18)
6	39.424(6)	2.2838(3)	439(60)	0.111(6)	59.2(17)	0.13(2)	1.2(2)
7	43.180(6)	2.0934(3)	405(58)	0.091(6)	47.5(17)	0.12(2)	1.5(5)
8	47.136(13)	1.9265(5)	112(31)	0.124(18)	19(2)	0.17(6)	1.9(9)
9	47.529(5)	1.9115(2)	439(60)	0.122(8)	70(3)	0.16(3)	2.9(9)
10	48.521(9)	1.8747(3)	393(57)	0.145(9)	69(2)	0.18(3)	1.9(5)
11	58.565(10)	1.6257(3)	88(27)	0.057(17)	9.4(8)	0.11(4)	0.9(8)
12	57.419(10)	1.6035(3)	185(39)	0.121(10)	27.7(15)	0.15(4)	1.4(5)
13	60.692(8)	1.52466(18)	147(35)	0.097(12)	20.0(15)	0.14(4)	2.5(11)
14	60.948(9)	1.5189(2)	53(21)	0.13(4)	13.0(14)	0.25(12)	0.2(2)
15	64.702(11)	1.4395(2)	147(35)	0.123(9)	21.0(12)	0.14(4)	2.9(13)
16	72.887(19)	1.2967(3)	48(20)	0.128(16)	6.5(8)	0.14(7)	1.4(9)
17	77.09(2)	1.2362(3)	43(19)	0.09(3)	6.9(8)	0.16(9)	1.1(12)



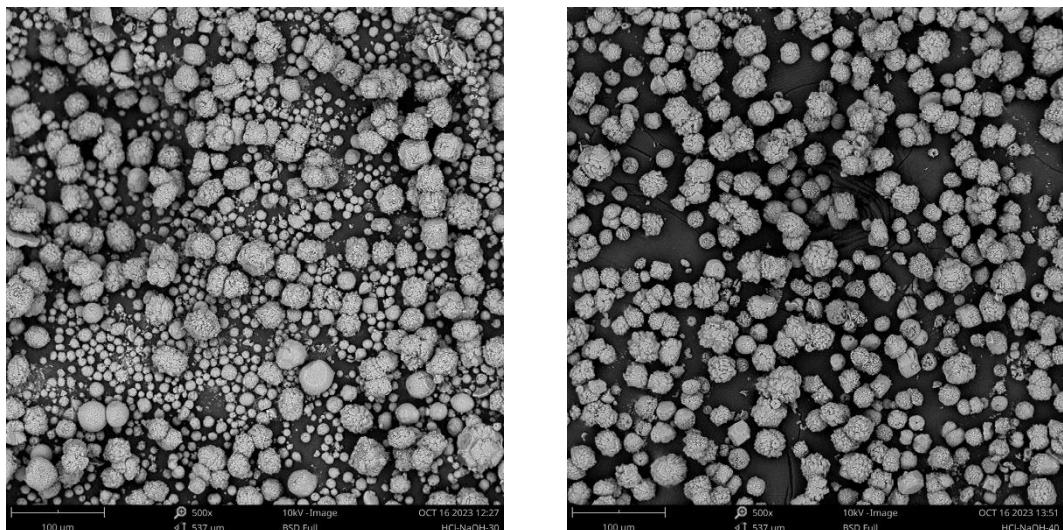
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	709.80	89.42	6.18	721.38	597.93	632,468	136,027	
2	744.52	93.16	2.33	759.95	721.38	212,783	39,239	
3	871.82	69.81	26.97	891.11	759.95	1294,873	801,720	
4	1396.46	70.44	26.10	1616.35	1099.43	7554,497	5470,234	





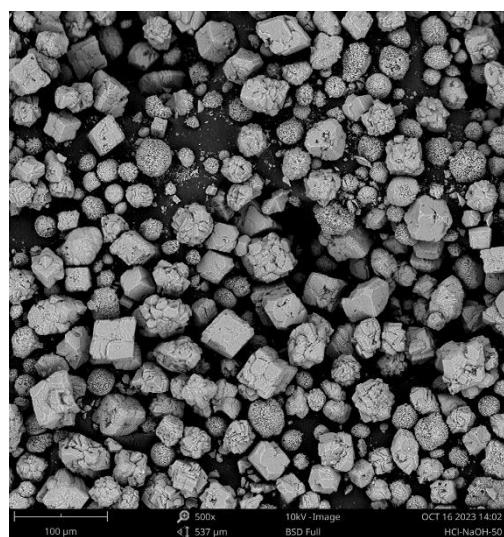
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	709.80	89.49	6.45	725.23	636.51	470,439	125,420	
2	744.52	94.43	1.22	759.95	725.23	170,146	19,852	
3	871.82	76.29	20.29	891.11	759.95	1196,347	698,369	
4	1392.51	76.56	20.04	1631.78	1095.57	6347,456	4278,069	

PERBANDINGAN HASIL SEM PERBESARAN 500x



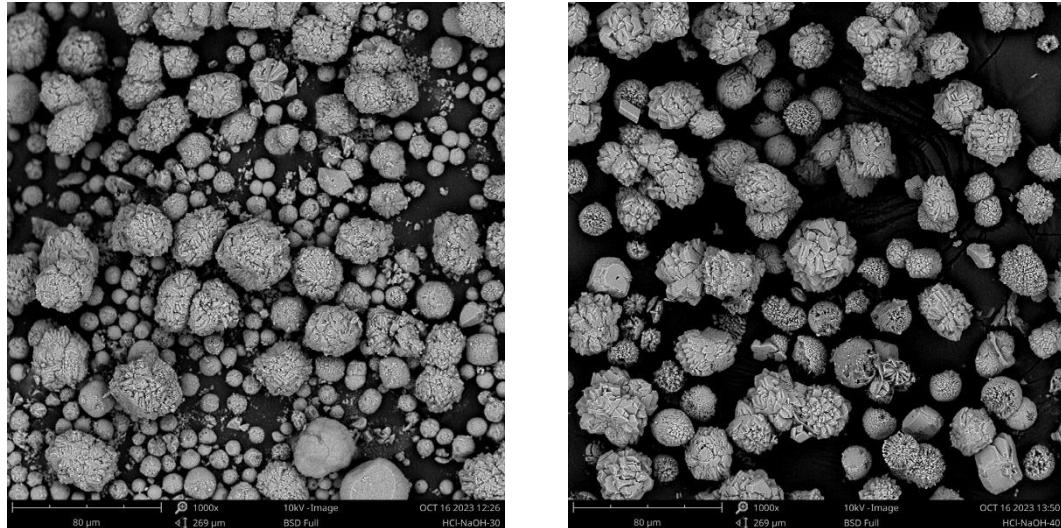
30°C

40°C



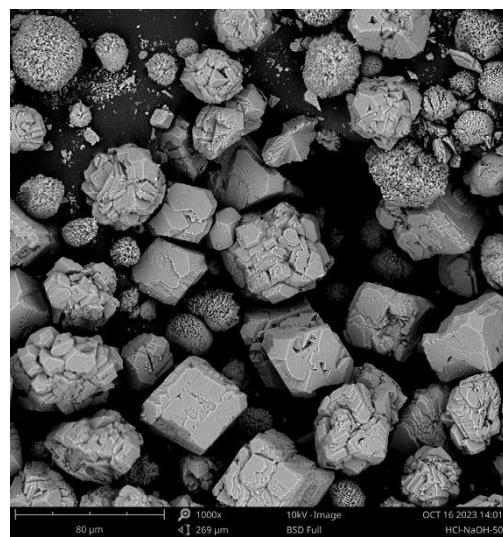
50°C

PERBANDINGAN HASIL SEM PERBESARAN 1000x



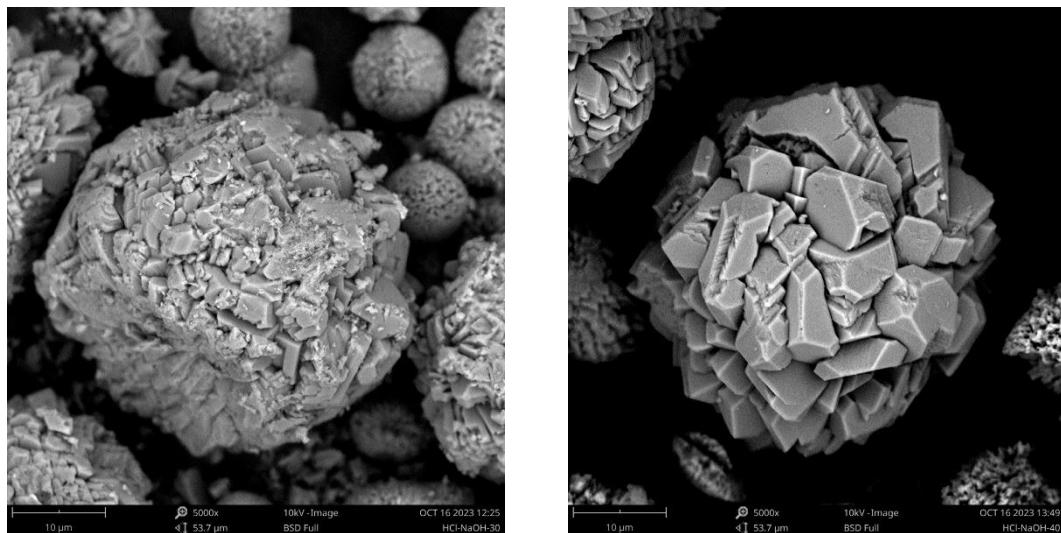
30°C

40°C



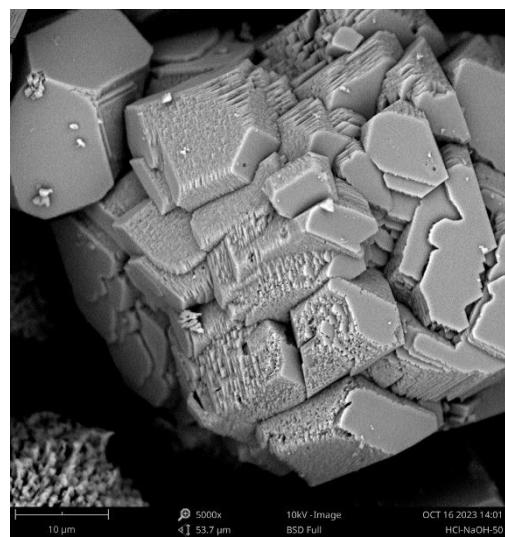
50°C

PERBANDINGAN HASIL SEM PERBESARAN 5000x



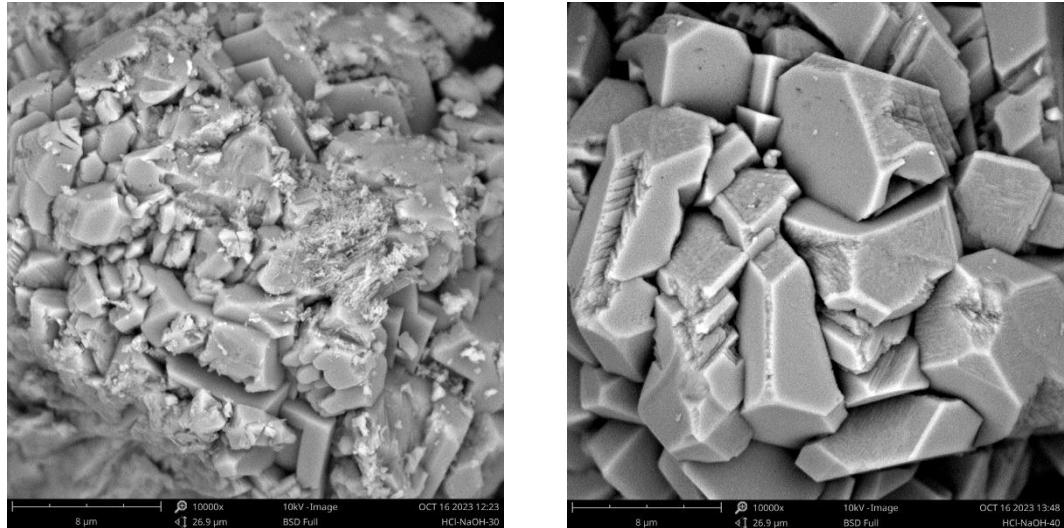
30°C

40°C



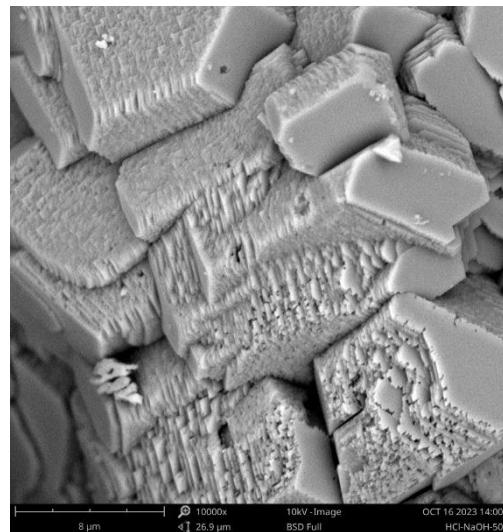
50°C

PERBANDINGAN HASIL SEM PERBESARAN 10000x



30°C

40°C



50°C