

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kristalisasi dari larutan memiliki peranan penting dalam dunia industri karena banyak material yang dibutuhkan dalam bentuk kristal. Contoh aplikasi kristalisasi, yaitu pada pembuatan gula garam, kaca, dan bubuk kopi instan tanpa ampas (McCabe & Smith, 2000). Kristalisasi adalah proses separasi dimana suatu *solute* terkristalkan dari larutan multi komponennya, sehingga jika dilakukan secara tepat, akan menghasilkan kristal dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Oleh karena itu, kristalisasi merupakan salah satu metode yang praktis untuk mendapatkan bahan kimia murni dalam kualitas yang memenuhi syarat untuk pemasaran. Dalam kristalisasi suatu larutan, *solute* akan terkristalkan sehingga terbentuk campuran dua fasa yang disebut *magma*, fasa cair yang disebut *mother liquor* atau larutan induk, dan fasa padat kristalin.

1.2 Perumusan Masalah

Dalam percobaan ini dilakukan operasi kristalisasi menggunakan UOP 14 MKII *Crystallisation Unit* dengan sistem *batch*, respon dari percobaan ini adalah pengaruh suatu pemanasan, suhu pendinginan, dan penambahan massa kalium klorida terhadap massa kristal serta distribusi ukuran kristal kalium klorida yang dihasilkan (CSD).

1.3 Tujuan Praktikum

1. Mampu menjelaskan jenis-jenis kristaliser.
2. Mampu menjelaskan parameter-parameter operasi dalam kristalisasi, yaitu derajat supersaturasi larutan, suhu pemanasan, suhu pendinginan, pembentukan inti kristal, kecepatan pertumbuhan kristal, dan produk CSD.
3. Mampu mengoperasikan alat UOP 14 MKII *Crystallisation Unit* dengan pendinginan larutan.
4. Mampu mengambil data-data percobaan secara benar dan mengolahnya serta menyajikan dalam bentuk grafik pengaruh suhu pemanasan, suhu pendinginan, dan penambahan massa kalium klorida terhadap massa kristal yang dihasilkan serta hubungan diameter partikel rata-rata dengan jumlah kristal yang dihasilkan (CSD).

1.4 Manfaat Praktikum

1. Mahasiswa mampu menjelaskan jenis-jenis kristaliser.
2. Mahasiswa mampu menjelaskan parameter-parameter operasi dalam kristalisasi.
3. Mahasiswa mampu mengoperasikan alat UOP 14 MKII *Crystallisation Unit*.
4. Mahasiswa mampu mengambil data-data percobaan secara benar.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pengertian

Kristalisasi memegang peranan yang sangat penting dalam industri kimia. Hal ini mengingat kurang lebih 70% dari produk-produk kimia dihasilkan dalam bentuk padatan/kristal. Kristalisasi adalah proses pemisahan zat terlarut dari larutannya dalam bentuk kristal padat. Keuntungan dari menghasilkan produk dalam bentuk padatan antara lain adalah biaya transportasi lebih murah, padatan lebih tahan terhadap kerusakan akibat terjadinya dekomposisi, dan bentuk padatan lebih memudahkan dalam pengemasan dan penyimpanannya. Adapun sasaran dari proses kristalisasi adalah menghasilkan produk kristal yang mempunyai kualitas seperti yang diinginkan. Kualitas kristal antara lain dapat ditentukan dari tiga parameter seperti distribusi ukuran kristal *Crystal Size Distribution* (CSD), kemurnian kristal (*crystal purity*), dan bentuk kristal (*crystal habit/shape*).

Kristalisasi dilakukan berdasarkan pada prinsip kelarutan, yakni suatu senyawa padat akan cenderung lebih cepat larut di dalam cairan panas dibandingkan senyawa tersebut berada dalam cairan dingin. Jika suatu larutan senyawa tersebut dijenuhkan dalam keadaan panas hingga berada pada kondisi lewat jenuh dan kemudian didinginkan, senyawa terlarut akan berkurang kelarutannya dan mulai mengendap membentuk kristal yang murni yang disebabkan oleh adanya pertumbuhan kristal zat terlarut (Puguh *et al.*, 2003).

Kristalisasi dapat terjadi dari tiga macam fasa, yaitu pembentukan partikel-partikel padat kristalin dari fasa uap, dari *solute* suatu larutan, ataupun dari lelehan atau *melt*. Kristalisasi dapat dilakukan dengan pendinginan, penguapan *solvent*, atau penambahan *solvent* tertentu. Kristalisasi dari larutan bertujuan untuk memisahkan suatu *solvent* dari larutan multi komponen sehingga didapat produk dalam bentuk kristal yang lebih murni sehingga kristalisasi sering dipilih sebagai salah satu cara pemurnian karena lebih ekonomis.

2.2 Pembagian Tahapan Operasi Kristalisasi

Operasi kristalisasi terbagi menjadi beberapa tahap sebagai berikut.

1. Pembuatan larutan supersaturasi

Ketika larutan telah mencapai derajat supersaturasi tertentu maka di dalam larutan akan terbentuk zat pada kristalin. Oleh sebab itu, derajat super saturasi larutan merupakan faktor terpenting dalam mengontrol operasi

kristalisasi. Beberapa metode untuk mencapai larutan supersaturasi diuraikan sebagai berikut.

a. Pendinginan larutan

Kelarutan zat padat dalam cairan merupakan fungsi suhu, sehingga ketika larutan yang akan dikristalkan didinginkan, akan terjadi kondisi supersaturasi dimana konsentrasi *solute* dalam larutan lebih besar dari konsentrasi larutan jenuh pada suhu tersebut.

b. Penguapan *solvent*

Solvent dari larutan multikomponen diuapkan sehingga konsentrasi *solute* akan meningkat dan mencapai kondisi supersaturasi. Metode ini digunakan untuk zat yang mempunyai kurva kelarutan relatif mendatar.

c. Evaporasi adiabatik

Larutan dalam keadaan panas bila dimasukkan dalam ruang vakum maka terjadi penguapan dengan sendirinya karena tekanan totalnya menjadi lebih rendah dari tekanan uap *solvent* pada suhu tersebut. Penguapan disertai dengan penurunan suhu akan membuat larutan mencapai kondisi supersaturasi.

d. Reaksi kimia

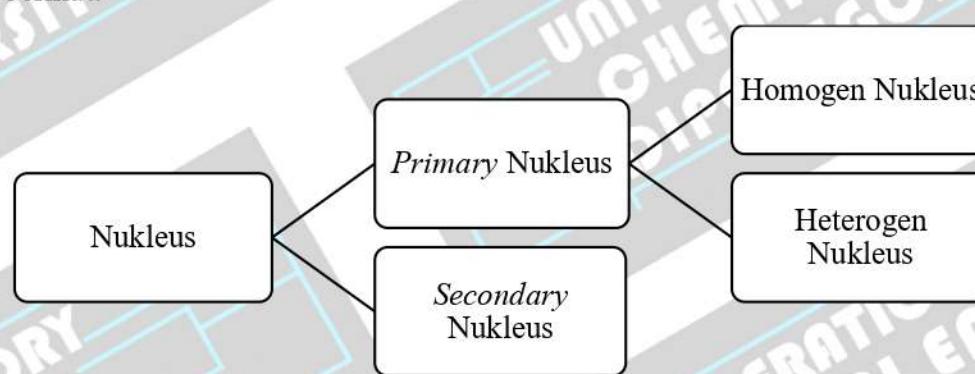
Bila reaksi kimia dijalankan dalam fasa cair, konsentrasi *solute* produk reaksi semakin lama semakin meningkat sehingga mencapai kondisi supersaturasi.

e. Penambahan zat lain

Penambahan zat lain dapat menurunkan kelarutan zat yang akan dikristalisasi, misal larutan NaOH ditambah gliserol maka kelarutan NaOH akan turun dan mencapai kondisi supersaturasi.

2. Pembentukan inti kristal

Pembentukan inti kristal secara sistematis dapat dilihat pada gambar sebagai berikut.



Gambar 2.1 Pembentukan inti kristal

a. Primary Nukleus

Proses pembentukan inti kristal primer terjadi ketika larutan telah mencapai tingkat kejemuhan (supersaturasi) yang cukup tinggi. Nukleasi primer ini dapat berlangsung melalui dua mekanisme sebagai berikut.

- Homogen Nukleus

Nukleasi jenis ini terjadi secara spontan dalam larutan yang sangat jenuh, tanpa adanya partikel asing sebagai pemicu. Inti kristal (*nucleus*) terbentuk dari penggabungan molekul-molekul zat terlarut (*solute*) itu sendiri.

- Heterogen Nukleus

Pada nukleasi heterogen, pembentukan inti kristal juga terjadi dalam kondisi larutan yang jenuh. Namun, prosesnya dipercepat oleh kehadiran partikel asing seperti debu atau permukaan padat lain yang berfungsi sebagai tempat awal terbentuknya inti kristal.

b. Secondary Nukleus (*Contact Nucleation*)

Pembentukan inti kristal dengan akibat tumbukan (*contact*) antara kristal induk atau antara kristal induk dengan *impeller* pengaduk, tumbukan dengan dinding kristaliser ataupun gesekan permukaan kristal induk dengan larutan. Jumlah inti kristal yang terbentuk dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$N = (a)(L)^b(\Delta C)^c(P)^d \quad (2.1)$$

Keterangan:

N = jumlah *nucleus* (inti kristal) yang terbentuk (jumlah/jam)

L = ukuran kristal induk (mm)

ΔC = derajat super saturasi larutan (*mole/L*) atau ($^{\circ}\Delta C$)

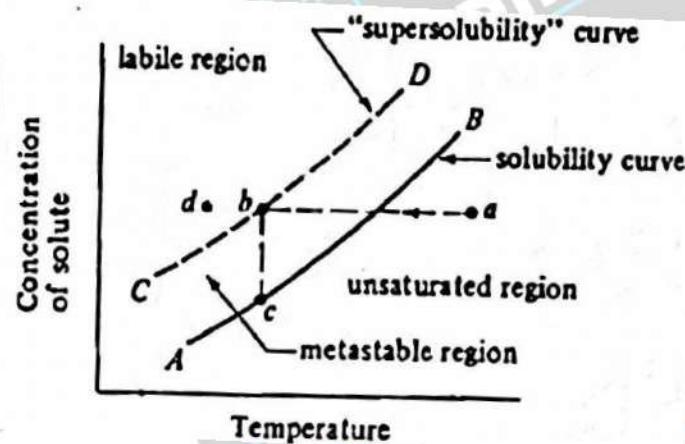
P = tenaga pengaduk (HP)

a,b,c,d = konstanta-konstanta

Berdasarkan persamaan 2.1 didapatkan beberapa kesimpulan sebagai berikut.

- Jika L >>> maka jumlah kristal yang terbentuk juga semakin besar, kristal makin besar menyebabkan kemungkinan tumbukan semakin banyak. Pecahan bagian kecil dari kristal menyebabkan terbentuknya inti kristal.
- Jika ΔC >>> maka jumlah kristal yang terbentuk juga semakin banyak. Derajat supersaturasi makin besar maka makin besar pula kemungkinan terbentuk inti kristal baru.

- Jika $P \ggg$ maka gaya gesekan partikel larutan atau tumbukan juga semakin besar sehingga kemungkinan terjadinya pecahan partikel besar maka inti kristal yang terbentuk juga semakin besar jumlahnya.



Gambar 2.2 Teori miers

Teori Miers menyatakan bahwa larutan supersaturasi dapat diperoleh dengan mendinginkan larutan yang awalnya belum jenuh (titik a). Setelah melewati kurva saturasi A-B, larutan memasuki kondisi supersaturasi yang pada grafik disebut sebagai daerah metastabil. Ketika tingkat supersaturasi mencapai batas tertentu, proses kristalisasi dimulai dengan terbentuknya inti kristal primer (titik b). Titik-titik awal terbentuknya inti kristal ini disebut oleh Miers sebagai kurva *supersolubility*. Inti kristal ini kemudian tumbuh melalui proses penempelan molekul-molekul zat terlarut (*solute*) di permukaannya, sehingga konsentrasi *solute* dalam larutan menurun (dari titik b ke titik c). Selain itu, Miers juga menyebut daerah dengan supersaturasi sangat tinggi, tempat inti kristal primer terbentuk secara spontan, sebagai daerah labil.

Dalam praktik industri, pembentukan inti primer umumnya dihindari karena menghasilkan kristal berukuran sangat kecil. Sebagai gantinya, lebih disukai metode nukleasi sekunder, yaitu dengan menambahkan bibit kristal (*seed*) ke dalam larutan pada kondisi supersaturasi rendah atau sedikit jenuh. *Seed* ini berperan sebagai inti awal pertumbuhan kristal, yang memicu terbentuknya kristal sekunder. Dalam sistem kontinyu, proses *seeding* dilakukan satu kali saat awal operasi (*start-up*), sedangkan pada sistem *batch*, *seeding* perlu dilakukan setiap kali proses *batch* dimulai.

3. Pertumbuhan kristal

Umumnya kristal yang berukuran >100 mikron kecepatan tumbuhnya tidak tergantung pada ukuran dan dapat dinyatakan dengan:

$$r = a(\Delta C)^b \quad (2.2)$$

Keterangan:

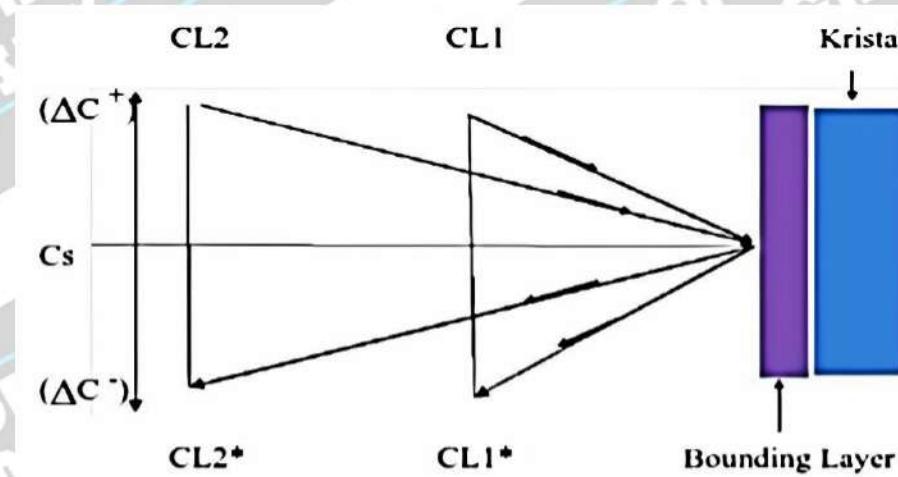
r = kecepatan tumbuhnya kristal (mm/jam)

ΔC = derajat saturasi (mol/L)

a, b = konstanta-konstanta

Derajat saturasi (ΔC) merupakan faktor terpenting dalam proses pertumbuhan kristal. Larutan yang berderajat saturasi tinggi, perbedaan konsentrasi antara permukaan kristal dengan permukaan akan tinggi sehingga kecepatan tumbuh kristal juga semakin tinggi.

Teori difusi *solute* dari larutan ke permukaan kristal. Proses kristalisasi merupakan kebalikan dari proses kelarutan. Kristal di dalam larutan membentuk daerah *boundary layer* di permukaannya. Konsentrasi *solute* dalam daerah *boundary layer* ini sama dengan konsentrasi jenuhnya (saturasi) karena selalu dalam kondisi kesetimbangan cair-padat. Bila larutan konsentrasinya supersaturasi (ΔC^+) maka molekul *solute* akan mendifusi dari larutan ke permukaan kristal (arah panah dari kiri ke kanan), kemudian menempel menjadi molekul kristal di permukaannya. Namun, bila larutannya belum jenuh (ΔC^-) maka molekul kristal di permukaan akan larut menjadi *solute* (arah panah dari kanan ke kiri).



Gambar 2.3 Difusi *solute* dari larutan ke permukaan kristal

Keterangan:

C_s = konsentrasi saturasi (jenuh)

(ΔC^+) = konsentrasi supersaturasi (lewat jenuh)

(ΔC^-) = konsentrasi unsaturasi (belum jenuh)

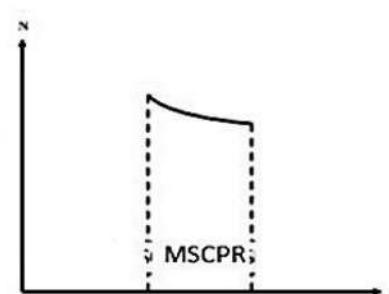
CL1, CL1* = menunjukkan adanya pengaruh pengadukan dalam larutan sehingga jarak difusi lebih pendek

CL2, CL2* = menunjukkan tidak adanya pengaruh pengadukan dalam larutan sehingga jarak difusi lebih jauh

2.3 Grafik CSD dan Jenis-Jenis Kristaliser

Keseragaman ukuran produk suatu kristaliser dinyatakan dengan CSD (*Crystal Size Distribution*) dan sangat bergantung pada tipe kristalisernya. Ada dua tipe kristaliser yaitu MSCPR (*Mixed Suspension Classified Product Removal*) dan MSMPR (*Mixed Suspension Mixed Product Removal*). MSCPR kristaliser dapat menghasilkan produk yang relatif lebih seragam ukurannya dibandingkan tipe MSMPR karena ada mekanisme klasifikasinya.

1. Ukuran produk seragam MSCPR kristaliser

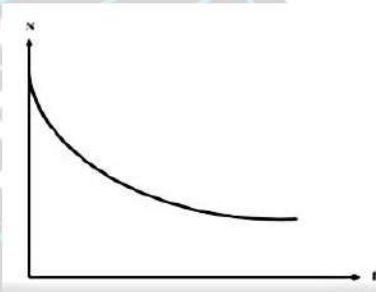


Keterangan:

N = jumlah kristal

D = diameter

2. Ukuran produk tidak seragam MSMPR kristaliser



Keterangan:

N = jumlah kristal

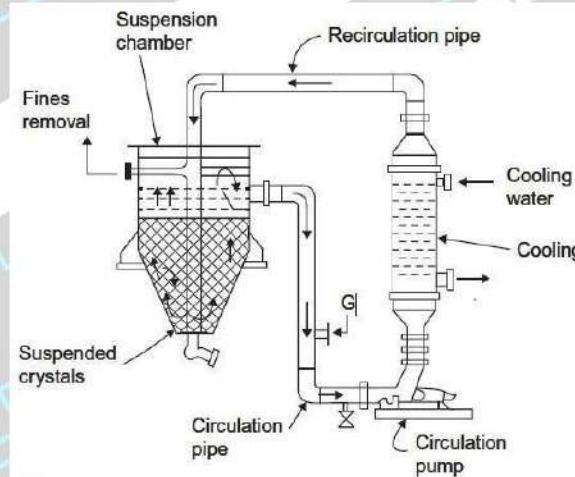
D = diameter

Gambar 2.4 Grafik CSD

Untuk jenis MSMPR, kristal yang diperoleh mempunyai ukuran yang tidak seragam sehingga diameter bervariasi mulai dari ukuran yang tidak terlihat sampai diameter besar. Jenis - jenis kristaliser:

1. *Oslo Surface Cooled Crystallizer*

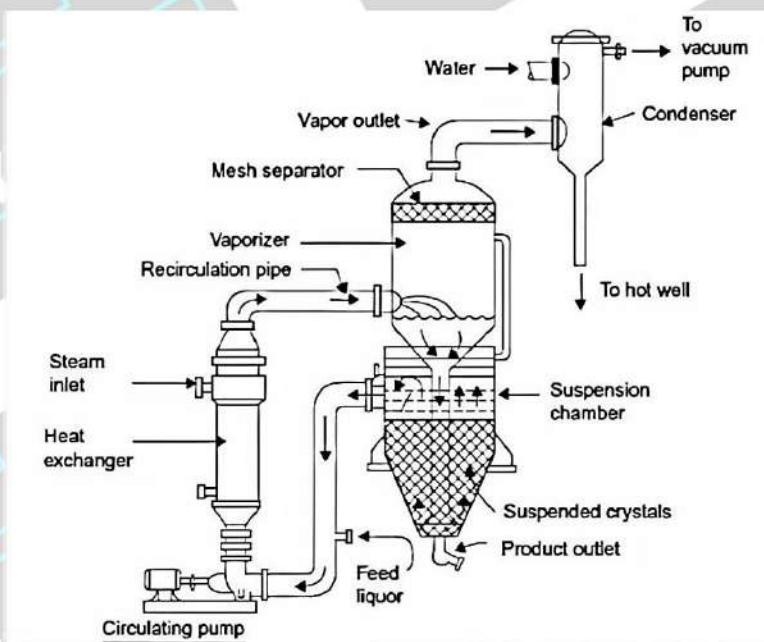
Kristaliser ini menggunakan sistem pendinginan dengan pendinginan *feed* (G) di dalam *cooler* (H) untuk membuat larutan supersaturasinya. Kemudian larutan supersaturasi ini, dikontakkan dengan suspensi kristal dalam ruangan suspensi (E). Pada puncak ruangan suspensi, sebagian larutan induk (D) dikeluarkan untuk mengurangi jumlah inti kristal sekunder yang terlalu banyak terbentuk. Produk *slurry* dikeluarkan dari bawah.



Gambar 2.5 Oslo surface cooled crystallizer

2. Oslo Evaporative Crystallizer

Kristaliser ini memakai metode penguapan *solvent* untuk mendapatkan larutan supersaturasinya. Larutan yang meninggalkan ruang penguapan pada kondisi *supersaturated*, mendekati daerah metastabil sehingga *nucleus primer* tidak akan terbentuk. Kontak larutan supersaturasi dengan unggul kristal di E akan mendorong pertumbuhan kristal, tetapi sekaligus membentuk inti kristal sekunder. Umpam larutan dimasukkan lewat G dan mengalami pemanasan di HE sebelum masuk ke ruangan penguapan *solvent* di A. Dengan membuat ruang penguapan bertekanan vakum maka sebagian *solvent* akan menguap sekaligus diikuti penurunan suhu, larutan akan mencapai kondisi supersaturasi yang dibutuhkan untuk menumbuhkan kristal. Dalam kristaliser tipe ini, fungsi sirkulasi larutan adalah untuk pemanasan kembali sekaligus melarutkan kembali sebagian inti kristal sekunder. Hal ini untuk mencegah ukuran produk yang semakin lama semakin mengecil.



Gambar 2.6 Oslo evaporative crystallizer

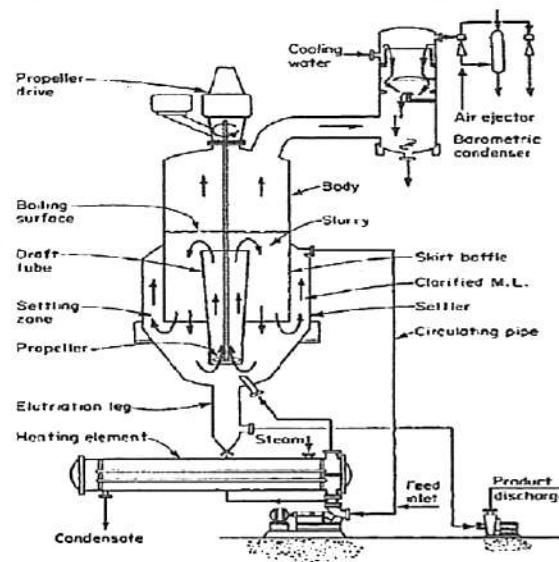
3. Draft Tube Baffle – DTB Crystallizer

Kristaliser ini bertipe MSCPR karena dilengkapi *baffle* dan *propeller* yang berfungsi mengatur sirkulasi kristal *magma*, sedangkan di luar *body crystallizer* ditambah pompa untuk sistem sirkulasi dan klasifikasi ukuran produk. Untuk mencapai kondisi supersaturasi digunakan sistem penguapan *solvent* dengan tekanan vakum.

Bagian bawah kristaliser ini dilengkapi dengan *elutriation leg* yang berfungsi untuk mengklasifikasi kristal hingga didapat produk kristal dengan ukuran tertentu yang relatif seragam. Klasifikasi ukuran kristal di sini didasarkan atas gaya gravitasi dengan jalan sebagai berikut:

Jika di dalam kristaliser telah terbentuk kristal-kristal dengan ukuran heterogen maka kristal ini diklasifikasikan ukurannya dengan mengalirkan sebagian larutan dari bawah ke atas dalam ruang *elutriation leg* dengan menggunakan pompa sirkulasi. Dengan adanya aliran larutan ini, kristal dengan ukuran yang besar akan dapat melawan daya dorong aliran ke atas sehingga tetap dapat turun ke bawah karena gaya gravitasi dan keluar sebagai produk. Dengan demikian, didapatkan produk dengan ukuran homogen. Dengan demikian, untuk mendapatkan kristal dengan ukuran tertentu dapat diatur dengan mengatur aliran ke atas di dalam *elutriation leg*. Jika larutan mempunyai kecepatan tinggi maka akan didapat kristal dengan ukuran yang besar atau sebaliknya. Kristal kecil yang tidak dapat melawan gaya dorong akan terbawa naik kembali ke ruang kristalisasi untuk ditumbuhkan hingga mencapai ukuran tertentu yang karena beratnya sendiri dapat melawan gaya dorong ke atas di dalam *elutriation leg*.

Kristaliser ini juga dilengkapi dengan sistem sirkulasi larutan dan inti kristal keluar kristaliser untuk mengurangi jumlah inti kristal di dalam kristaliser. Inti kristal yang berlebih ini akan larut kembali saat lewat HE karena pemanasan. Pengurangan inti kristal ini dimaksudkan agar inti kristal berkurang karena jika dibiarkan makin lama makin banyak, akibatnya produk kristal cenderung semakin halus. Hal ini karena inti kristal membutuhkan *solute* untuk pertumbuhan selanjutnya, sedangkan jumlah *solute* yang masuk dalam *feed* tetap maka inti kristal tidak cukup banyak mendapat *solute* untuk tumbuh menjadi kristal yang lebih besar.



Gambar 2.7 Draft tube baffle crystallizer

2.4 Karakteristik Kalium Klorida

1. Sifat Fisika dan Kimia

Bentuk	: Serbuk, padat
Warna	: Putih
Bau	: Tidak berbau
Titik lebur	: 773°C
Titik didih	: 1.413°C pada 1.013 hPa
Densitas	: 3,13 g/cm ³ pada kira-kira 20°C
Flamabilitas	: Tidak mudah menyala
Kelarutan dalam air	: 347 g/l pada 20°C

2. Identifikasi Bahaya

Bukan bahan atau campuran berbahaya menurut Peraturan (EC) No.1272/2008.

3. Tindakan Pertolongan Pertama

- Ketika terhirup

Hirup udara segar. Jika napas terhenti berikan napas buatan mulut ke mulut atau secara mekanik. Berikan masker oksigen jika mungkin. Segera hubungi dokter.

- Ketika terjadi kontak kulit

Bilaslah dengan air yang banyak.

- Setelah kontak pada mata

Bilaslah dengan air yang banyak. Segera hubungi dokter mata. Lepaskan lensa kontak.

- Setelah tertelan

Beri air minum (paling banyak dua gelas). Segara cari anjuran pengobatan.

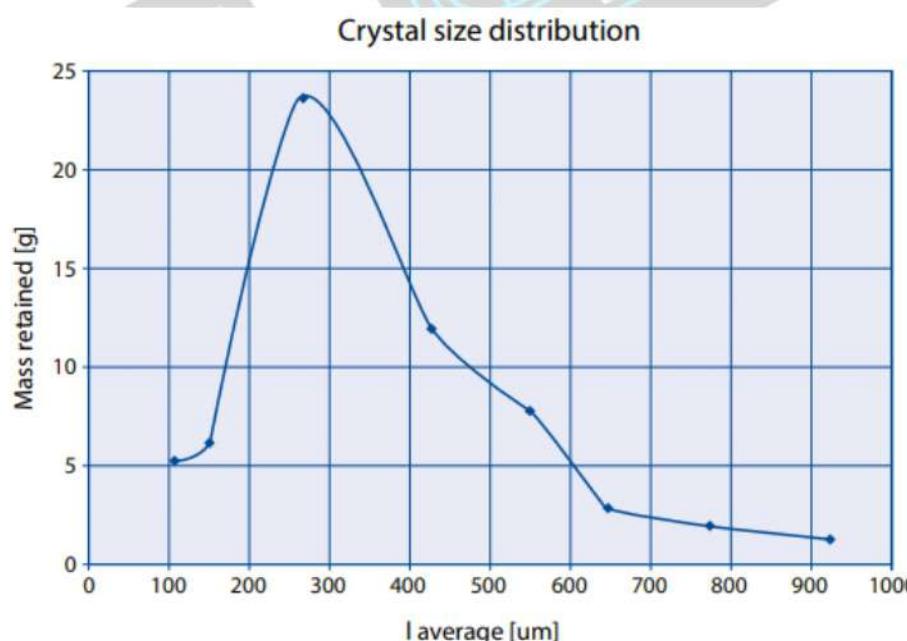
Hanya di dalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam satu jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tidak sadarkan diri).

(SmartLab, 2019)

2.5 Proses Pembentukan Kristal Kalium Klorida dengan *Cooling Method*

Kristal KCl dapat terbentuk menggunakan *cooling method*, yakni dengan menurunkan suhu sehingga terjadi pemisahan zat terlarut dari larutan jenuhnya dalam bentuk kristal. Pembentukan kristal KCl berlangsung dalam dua tahap. Tahap pertama adalah pembentukan partikel inti. Larutan KCl akan didinginkan menjadi larutan lewat jenuh pada suhu yang melewati garis kelarutan atau memasuki zona metastabil. Dalam kondisi ini, kristal akan terbentuk secara spontan. Kekuatan pendorong untuk proses nukleasi dan pertumbuhan kristal adalah supersaturasi. Secara umum, laju nukleasi dan laju pertumbuhan kristal meningkat dengan meningkatnya derajat kejenuhan. Ketika suhu diturunkan lebih lanjut, maka kristal akan mencapai batas metastabil dimana terjadi pertumbuhan ukuran kristal KCl. Dapat disimpulkan bahwa parameter proses, seperti laju pendinginan dan intensitas agitasi akan mempengaruhi kejenuhan, nukleasi dan laju pertumbuhan kristal KCl (Kardum *et al.*, 2005).

2.6 Distribusi Ukuran Kristal Kalium Klorida



Gambar 2.8 Distribusi ukuran kristal kalium klorida

Semakin besar diameter maka akan semakin sedikit jumlah kristal yang dihasilkan.

$$\text{Jumlah kristal yang terbentuk } (N) = \frac{\text{massa kristal yang terbentuk}}{\frac{4}{3} \times \pi \times r^3 \times \rho} \quad (2,3)$$

Dimana :

$$r = \frac{D}{2} \quad (2,4)$$

Persamaan lain untuk menghitung jumlah kristal yang dihasilkan :

$$dN = \frac{dM}{\alpha \rho CL^3} \quad (2,5)$$

Dari ketiga persamaan tersebut dapat diketahui bahwa nilai dN berbanding terbalik dengan r ($D/2$), maka semakin besar diameter rata-rata, jumlah produksi kristal yang dihasilkan akan semakin sedikit. Diameter yang semakin kecil membuat ukuran partikel akan semakin halus. Selain itu, proses pembentukan produk kristal diawali dengan pembentukan inti kristal kecil yang dilanjutkan dengan pertumbuhan struktur kristal menjadi lebih besar sehingga jumlah kristal lebih banyak terbentuk untuk ukuran kristal yang lebih kecil. Terbentuknya inti kristal sekunder disebabkan oleh adanya pengaruh tumbukan (*contact*) antar kristal induk atau antara kristal induk dengan *impeller* pengaduk, diikuti dengan tumbukan dengan dinding kristaliser ataupun gesekan permukaan kristal induk dengan larutan sehingga jumlah kristal lebih banyak untuk ukuran kristal yang lebih kecil (Surya dan Intifada, 2008). Batas butiran yang bergerak mengembang menyebabkan diameter permukaan butiran menjadi lebih besar seiring dengan waktu penumbuhan. Kondisi ini menyebabkan terjadinya kompetisi antar butiran untuk memperbesar diameter permukaannya yang pada gilirannya mengorbankan penumbuhan butiran-butiran yang ada di sekitarnya. Peristiwa ini disebabkan oleh adanya pembentukan kluster prekursor sebelum mencapai permukaan film atau substrat (Saragih *et al.*, 2004).

BAB III

METODE PRAKTIKUM

3.1 Rancangan Percobaan

3.1.1 Rancangan Praktikum

Alur praktikum kristalisasi diawali dengan pelarutan KCl dengan volume larutan sesuai variabel. Selanjutnya hubungkan kristaliser dengan sebuah PC atau laptop. Lalu instal *software* yaitu ArmSoft pada PC atau laptop untuk mengontrol dan memantau kondisi operasi kristalisasi yang sedang berlangsung. Kemudian dilanjutkan dengan mengalirkan air panas yang berasal dari *heater* ke dalam *crystalliser vessel* dan mengatur suhu pemanasan sesuai variabel. Kemudian dilanjutkan dengan proses *feeding* larutan KCl ke dalam *crystalliser reactor* untuk mengalami proses pemanasan. Setelah proses pemanasan selesai, selanjutnya dilakukan proses pendinginan larutan KCl dengan cara mengatur suhu pendinginan dan *flowrate* sesuai variabel. Selanjutnya dilakukan proses pengambilan larutan dan kristal yang dihasilkan melalui *drain plug*, lalu pisahkan larutan dengan kristal. Setelah memperoleh produk berupa kristal, kristal dikeringkan dengan menggunakan pompa vakum.

3.1.2 Penetapan Variabel

1. Variabel Tetap :
2. Variabel Bebas :
3. Variabel Terikat :

3.2 Bahan dan Alat yang Digunakan

3.2.1 Bahan

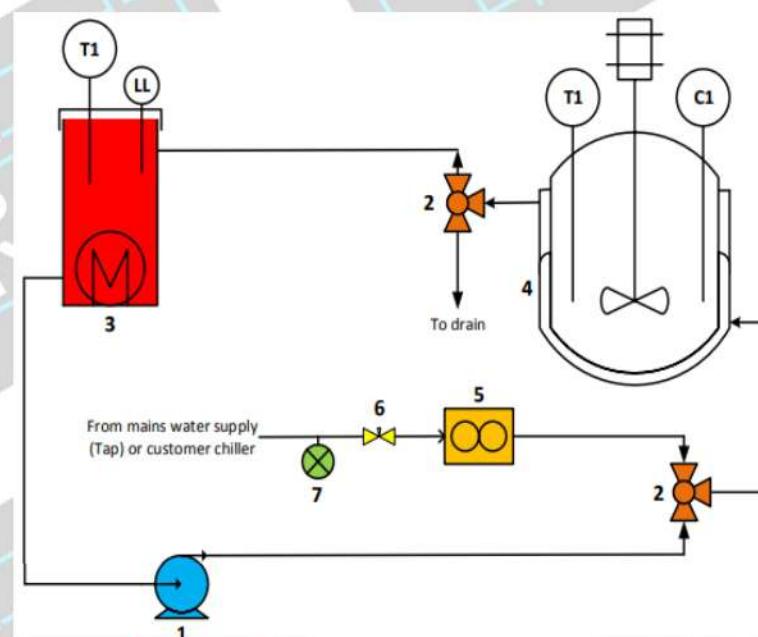
1. Padatan Kalium Klorida Teknis
2. *Aquadest*

3.2.2 Alat

1. Rangkaian alat kristaliser
2. Termometer
3. Kertas saring
4. *Hot plate*
5. Pengaduk
6. *Beaker glass* 1000 mL
7. Penampung kristal

8. Pompa vakum
9. Alat sieving
10. Sikat

3.3 Gambar Rangkaian Alat



Gambar 3.1 Rangkaian alat kristaliser UOP14-MKII

Keterangan:

1. Hot water pump
2. Solenoid valves
3. Hot water vessel with heating element
4. Crystallisation vessel
5. Flowrate
6. Needle valve
7. Pressure regulator

3.4 Prosedur Praktikum

A. Tahap Pelarutan KCl

1. Persiapkan alat dan bahan yang digunakan.
2. Timbang padatan KCl sesuai variabel.
3. Tambahkan aquadest dan padatan KCl ke dalam beaker glass sesuai dengan variabel konsentrasi yang diberikan.
4. Atur suhu pemanasan untuk pelarutan KCl sesuai dengan kelarutannya di dalam air dan jaga agar suhu pemanasan tetap konstan.
5. Pastikan seluruh padatan kristal telah larut, lalu tuangkan larutan tersebut ke dalam crystallizer reactor.

6. Analisis densitas akuades pada suhu ruang yang tercatat.
7. Timbang piknometer untuk kalibrasi piknometer.
8. Ambil sejumlah larutan KCl, lalu masukan ke dalam piknometer untuk mendapatkan densitas larutan KCl sesuai variabel yang diuji.

B. Pengaturan Kondisi Operasi melalui ArmSoft

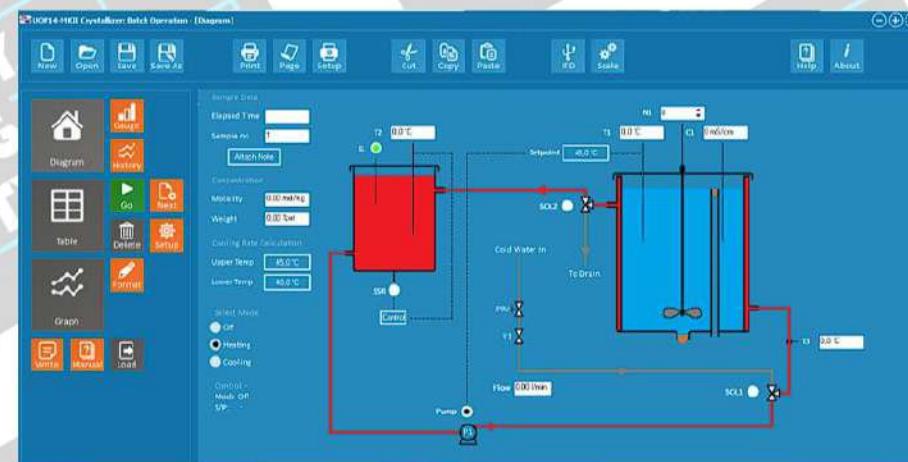
1. Hubungkan alat kristaliser dengan sebuah PC/laptop dengan menginstal aplikasi ArmSoft pada sebuah PC/laptop.
2. Setelah terinstal klik ArmSoft dan pilih *batch operation mode*.
3. Aktifkan ArmSoft dengan cara melakukan instal *driver* pada sebuah PC/laptop.
4. Pastikan ArmSoft dapat berjalan dengan baik pada PC/laptop dan *software* tersebut terhubung dengan kristaliser menggunakan *connector cable*.

C. Proses Kristalisasi

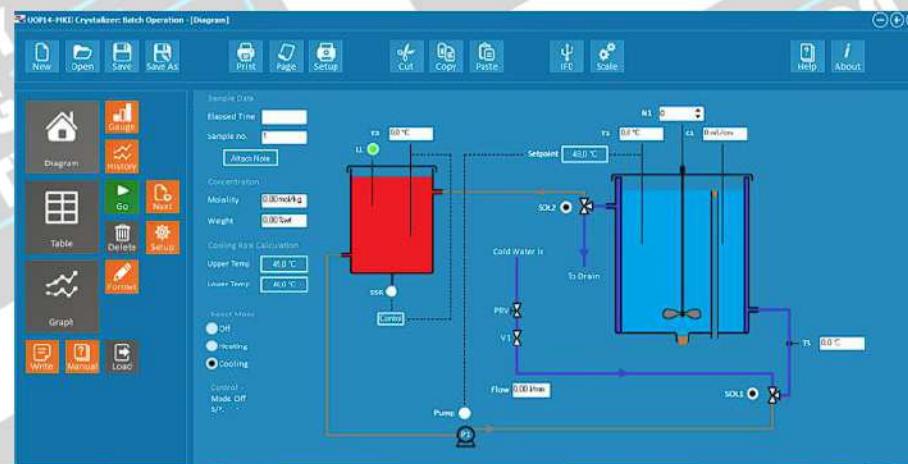
Secara umum proses kristalisasi dilakukan dengan menjalankan proses pemanasan dan pendinginan melalui tahapan berikut.

1. Tuangkan *aquadest* ke dalam *heater* sampai melewati *low liquid level sensor*.
2. Klik *heating mode* pada *software*, pastikan lampu hijau telah muncul pada menu *liquid level (LL)* dan pastikan data suhu dapat terbaca pada *software* tersebut.
3. Klik *control tab* untuk mengatur *PID Controller to automatic* pada *heater* dan pastikan *temperature set point (T₂)* sebesar 60°C.
4. Saat (T₂) mendekati *temperature set point* sebesar 60°C, atur suhu pemanasan (T₁) sesuai variabel.
5. Tuangkan larutan KCl yang sebelumnya telah dilarutkan ke dalam *crystallizer reactor*.
6. Atur tenaga pengadukan sesuai variabel.
7. Saat telah mencapai *set point* dari (T₁), proses pemanasan berhenti dan diamkan larutan selama 10 menit di dalam *crystalliser reactor*.
8. Jalankan sistem pendinginan dengan cara mengganti kondisi operasi menjadi *cooling mode*.
9. Buka keran air untuk mengalirkan air pendingin.
10. Buka dan putar *pressure regulator* untuk mengatur *flowrate* maksimum dari air pendingin lalu atur *flowrate* dengan menggunakan *needle valve* sesuai variabel.

11. Atur *temperature set point* untuk proses pendinginan sesuai variabel dan lihat suhu pendinginan yang tercapai pada (T_1).
12. Setelah suhu pendinginan telah tercapai, tutup keran air dan turunkan flowrate air pendingin menggunakan *needle valve* hingga mencapai 0 L/min.
13. Diamkan larutan di dalam *reactor crystalliser* selama 15 menit agar sistem stabil sambil amati peristiwa mulai terbentuknya inti kristal.
14. Nonaktifkan *cooling mode* melalui *control tab* untuk menghentikan proses pendinginan.
15. Setelah 15 menit buka *drain plug* untuk mengeluarkan larutan dan kristal dari dalam *crystallizer reactor*.
16. Pisahkan larutan dengan kristal yang diperoleh dan tempatkan kristal pada sebuah cawan untuk dikeringkan.
17. Lakukan proses pengeringan kristal dengan menggunakan pompa vakum.



Gambar 3.2 Mode pemanasan pada UOP14-MKII



Gambar 3.3 Mode pendinginan pada UOP14-MKII

D. Menentukan Distribusi Ukuran Kristal

1. Keringkankan kristal dengan cara diangin-anginkan selama satu hari.

2. Timbang hasil dari tiap variabel.
3. Lakukan analisis *sieving* dengan menyusun *screen* sesuai dengan ukuran *mesh*, letakkan kristal yang telah ditimbang di atas *screen* yang telah disusun dan goyangkan massa partikel konstan.

UNIT OPERATION LABORATORY
CHEMICAL ENGINEERING
DIPONEGORO UNIVERSITY

DAFTAR PUSTAKA

- Garside, J. & Daupus, R.J. (1980). *Chemical Engineering Common*. 4:393.
- Glasgow, S.M. (2014). *Fermentation and Biochemical Engineering Handbook* (3rd ed.). William Andrew.
- Intifada, W. S. & Surya, B. S. L. D. V. (2008). *Pengaruh Suhu Saturatror Tank dan Flowrate Feed Terhadap Kadar Impuritas Fe dalam Produk Kristal pada Proses Kristalisasi Asam Sitrat*. Jurusan Teknik Kimia: Universitas Diponegoro, Semarang.
- McCabe & Smith. (2000). *Unit Operation of Chemical Engineering*. McGraw-Hill Book.
- Mullin, J. W. (1972). *Crystallization* (2nd ed.). Butterworths.
- Puguh, S., Siswanto, W., & Ilham, H. S. (2003). Studi eksperimental pemurnian garam NaCl dengan cara rekristalisasi. *Jurusan Teknik Kimia, Universitas Surabaya*, 11(2).
- Rusli, I. I., Larisan, M. A., & Garside, J. (1980). *Chemical Engineering Process*. P Syntex P Sher.
- Saragih, H., Kurniati, M., Maddu, A., Arifin, P., & Barmawi. (2004). Penumbuhan Film Tipis Ti_{1-x}C_xO₂ dengan Metode MOCVD. *Jurnal Matematika dan Sains*, 9(3), 263-268.
- Tokyokura, K. & Aoyama, Y. (1982). *Jace Design Manual Series Crystallization* vol I. Jace I Research Center.
- Tokyokura, K. & Aoyama, Y. (1984). *Jace Design Manual Series Crystallization* vol III. Jace I Research Center.
- Tokyokura, K. (1985). *Industrial Crystallization*. North.