

SINTESA *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE*(PCC) DARI CANGKANG KERANG DARAH (*Anadara granosa*) DENGAN VARIASI JENIS ASAM DAN WAKTU KARBONASI

Ahmed Zikri¹, Amun Amri², Zultiniar², Yelmida²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi
Jurusan Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Bina Widya Km 12,5 Simpang Baru, Panam, Pekanbaru 28293
*Email : ahmed_zikri@rocketmail.com

ABSTRACT

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) can be synthesized from blood cockle shell through three methods, namely the method of solvay, soda caustic, and carbonation. The method used in this research that was the carbonation process in the modification, the use of acid solvent during the slaking process to obtain higher yields. The purpose of this research was to synthesize precipitated calcium carbonate (PCC) of blood cockle shell by varying the type of solvent and acid carbonation time. A number of blood cockle shell powder was calcined at 900°C temperature to calcium oxide (CaO) form, then CaO was dissolved into some acid solvents (HNO₃, HCl, and CH₃COOH). Furthermore, the carbonation process with carbonation time variation 30, 60, and 90 minutes. Based on AAS analysis CaO content in the blood cockle shells was 76.66%, which detected as aragonite crystals. The highest yield of PCC was 84.42% for 90 minute carbonation time by using of HNO₃ as solvent. For the XRD patterns it recognized that PCC contained mixture vaterit and calcite crystals. It also was supported by SEM analysis.

Keywords: *Blood cockle shell, Carbonation, Precipitated Calcium Carbonate (PCC), Variations acid.*

1. Pendahuluan

Provinsi Riau merupakan salah satu daerah sebagai penghasil kerang yang cukup tinggi. Produksi kerang-kerangan di propinsi Riau pada tahun 2010 mencapai 11.325 ton dimana jenis Kerang Darah merupakan komoditas utama dengan jumlah produksi 11.014 ton, pada tahun 2011 menjadi 11.130,5 ton dan meningkat pada tahun 2012 menjadi 11.342,3 ton. Untuk itu perlu dilakukan upaya pemanfaatan limbah cangkang Kerang Darah yang sangat melimpah jumlahnya agar limbah tersebut dapat bernilai ekonomis [DJPT, 2011]

Limbah cangkang kerang merupakan hasil atau sisa dari kerang yang tidak

termanfaatkan dan tidak bisa dikonsumsi karena memiliki sifat yang keras. Pemanfaatan limbah cangkang kerang sampai saat ini hanya sebatas sebagai bahan kerajinan tangan, padahal limbah cangkang Kerang Darah memiliki komposisi kalsium karbonat yang sangat tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium untuk berbagai keperluan [Muntamah, 2011].

PCC merupakan produk pengolahan material alam yang mengandung kalsium karbonat melalui serangkaian reaksi kimia. Pada umumnya PCC dibuat melalui hidrasi kalsium karbonat dan kemudian direaksikan dengan karbon dioksida. Produk yang dihasilkan berwarna putih dan mempunyai

distribusi ukuran partikel yang seragam [Jamarun *et al*, 2007].

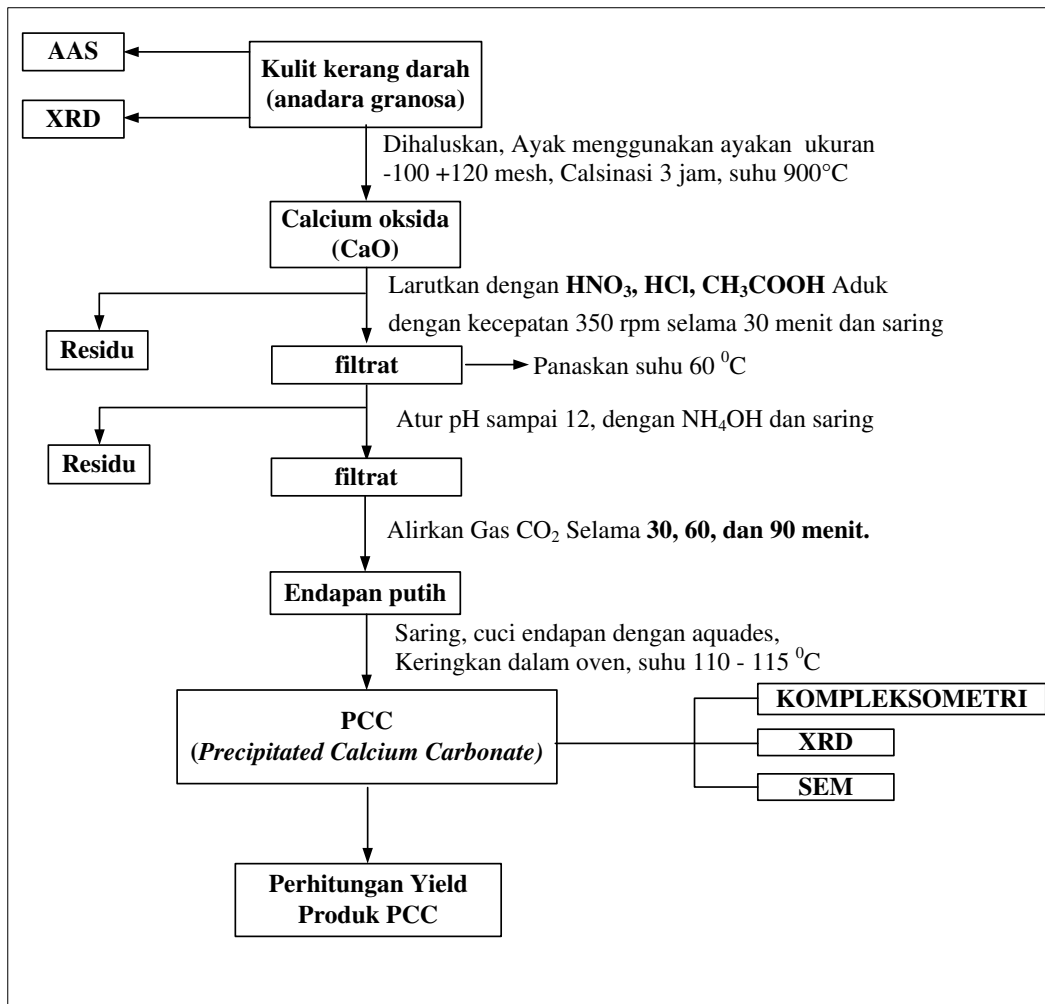
Pada penelitian ini menggunakan cangkang Kerang Darah sebagai sumber pembuatan presipitat kalsium karbonat. Proses sintesis PCC dilakukan dengan bervariasi pelarut asam dan waktu karbonasi. Menurut [Ahn *et.al* 2005], larutan asam nitrat dapat meningkatkan kelarutan ion kalsium dalam $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan asam nitrat merupakan asam kuat yang dapat bereaksi keras dengan oksida logam seperti kalsium oksida membentuk garam yang mudah larut.

2. Metode penelitian

Penelitian ini melalui beberapa tahapan dalam pengerjaannya, yaitu, Pembuatan larutan asam (HNO_3 , HCl , dan CH_3COOH), Sintesa *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Limbah cangkang kerang darah yang telah dikumpulkan kemudian dibersihkan terlebih dahulu dan dijemur selamasatu hari untuk menghilangkan kadar air pada saat proses pembersihan. Selanjutnya cangkang kerang darah yang telah kering dihaluskan menggunakan lumping dan blender. Setelah itu, cangkang kerang darah yang telah halus di ayak

menggunakan ayakan ukuran -100 +120 *mesh*. Cangkang kerang darah yang telah di ayak tadi kemudian di kalsinasi didalam *furnace* pada suhu 900°C , maka didapat Kalsium Oksida (CaO) sebagai bahan baku dalam pembuatan PCC.

Selanjutnya CaO yang telah didapat kemudian dilarutkan dengan asam (HNO_3 , HCl , dan CH_3COOH) masing – masing dengan konsentrasi 2M, kemudian rasio 17 gram CaO banding 300 ml asam dan diaduk menggunakan *stirer* selama 30 menit setelah itu disaring. Filtrat yang didapat pada proses penyaringan dipanaskan pada suhu 60°C dan diatur sampai pH 12 dengan penambahan NH_4OH pekat lalu disaring kembali. Filtrat yang didapatkan akan dikarbonasi dengan menambahkan gas CO_2 selama 30, 60, dan 90 menit sehingga terlihat endapan PCC yang berwarna putih susu. Endapan PCC yang didapat kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH 7, selanjutnya keringkan dalam *oven* pada suhu 105°C untuk menghilangkan sisa air dari proses pengendapan. Berikut tahapan proses sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Dapat dilihat pada gambar 1.



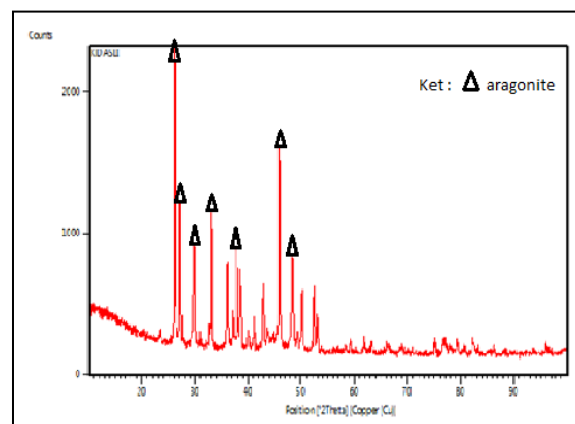
Gambar 1. Tahapan Proses Sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC)

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisa Bahan Baku *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC)

Untuk melihat kandungan kalsium yang terdapat pada bahan baku yang digunakan, maka dilakukan pengujian dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS), setelah dilakukan pengujian maka didapat kandungan CaCO_3 dalam cangkang Kerang Darah sebesar 76,6%. Selain itu juga dilakukan pengujian menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui jenis kristal yang terkandung dalam material bahan baku. Kristal kalsium karbonat (CaCO_3) terdiri atas tiga polimorfik, yaitu kalsit, aragonit dan vaterit.

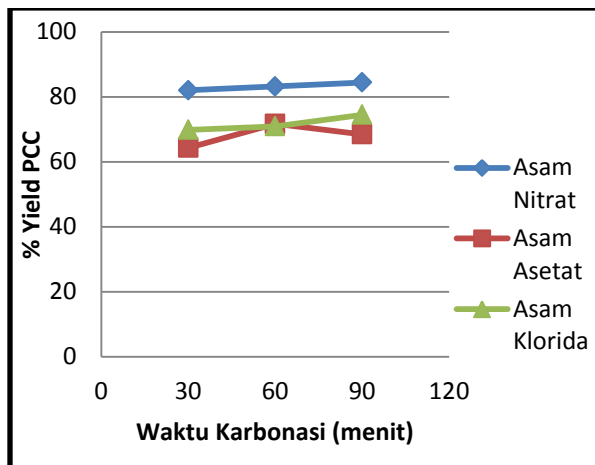
Pola XRD untuk bahan baku cangkang kerang darah dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar2. Pola XRD Cangkang Kerang Darah Dengan Jenis Kristal Aragonit.

3.2 Pengaruh Variasi Asam dan waktu karbonasi Terhadap Yield Precipitated Calcium Carbonate (PCC)

Yield tertinggi didapatkan pada penggunaan asam nitrat (HNO_3) dan waktu karbonasi 90 menit dengan persentase yield sebesar 84,42%. Sedangkan untuk yield PCC terendah didapat pada penggunaan asam asetat (CH_3COOH) dan waktu karbonasi 30 menit dengan persentase yield 64,32%. Gambar 3 menunjukkan pengaruh waktu karbonasi terhadap yield PCC yang diperoleh dari berbagai jenis pelarut.



Gambar 3. Pengaruh jenis asam dan waktu karbonasi terhadap yield PCC.

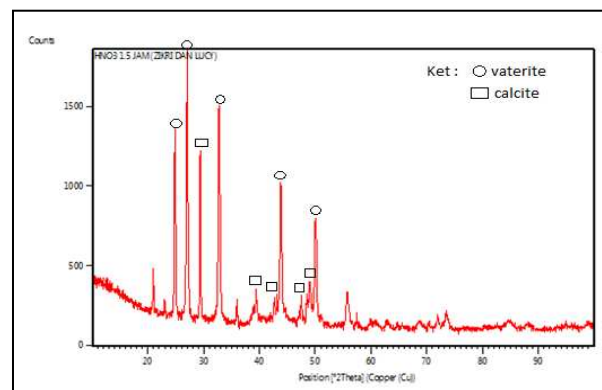
Pada gambar 3 dapat dilihat dari ketiga jenis pelarut yang digunakan, terlihat bahwa asam nitrat memiliki kinerja yang lebih baik dibandingkan yang lain. Menurut Anh *et. al* [2005] larutan asam nitrat dapat meningkatkan kelarutan ion kalsium dalam $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan asam nitrat merupakan asam kuat yang dapat bereaksi sempurna dengan oksida logam seperti kalsium oksida membentuk garam yang mudah larut. Oleh karena itu, asam nitrat memiliki yield PCC tertinggi dengan waktu karbonasi 90 menit sebesar 84,42%. Reaksi pembentukan kalsium karbonat dapat berlangsung bila suasana larutan bersifat basa [Vogel, 1990].

3.3 Identifikasi Kalsium pada PCC dengan Kompleksometri

Analisa kualitatif terhadap PCC dilakukan dengan menggunakan metode kompleksometri untuk membuktikan adanya kalsium dalam *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Dari hasil analisa yang telah dilakukan, diketahui bahwa didalam PCC yang dihasilkan terdapat kandungan kalsium (Ca). Hal ini dibuktikan dengan berubahnya warna larutan dari warna ungu menjadi biru pada saat tercapainya titik akhir titrasi atau titik ekuivalen.

3.4 Karakterisasi Produk PCC menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui jenis kristal yang terkandung dalam material hasil sintesis. Kristal kalsium karbonat (CaCO_3) terdiri atas tiga polimorfik, yaitu kalsit, aragonit dan vaterit. Masing-masing kristal mempunyai sudut difraksi (2θ) dan indeks miller yang berbeda-beda. Sampel yang di XRD diambil dari sampel dengan perolehan yield PCC tertinggi yaitu Asam Nitrat dengan waktu karbonasi 90 menit. Berikut hasil XRD pada penggunaan Asam Nitrat dengan waktu karbonasi 90 menit.



Gambar 4. Pola XRD pada penggunaan Asam Nitrat (HNO_3) dengan waktu karbonasi 90 menit.

Pada gambar 4 bentuk Kristal PCC dengan menggunakan asam nitrat dan waktu karbonasi 90 menit adalah campuran vaterit dan kalsit. Hal ini juga didukung dengan adanya puncak difraksi maksimum 2θ dengan nilai $27,1080^\circ$. Namun juga terdapat puncak difraksi yang menunjukkan adanya bentuk Kristal lain yaitu dengan nilai 2θ adalah $29,3791^\circ$ yang menunjukkan bentuk kristal PCC adalah kalsit. Hal ini juga didukung dengan nilai puncak – puncak difraksi. Dimana nilai – nilai tersebut tidak jauh berbeda jika dibandingkan dengan data standar berupa ICDD 01-072-0506 untuk vaterit dan ICDD 01-078-4615 untuk kalsit, seperti yang ditampilkan pada Tabel 1.

Table 1. Perbandingan sudut-sudut difraksi sinar-X PCC pada penggunaan Asam Nitrat (HNO_3) dengan waktu karbonasi 90 menit.

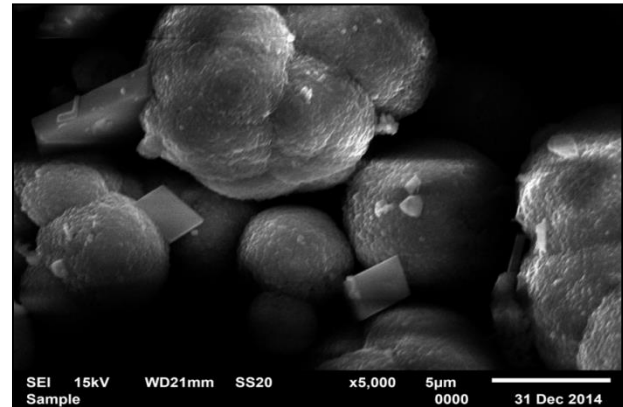
2θ			
Sampel		Referensi	
Vaterit	Kalsit	Vaterit	Kalsit
24,8549	29,3791	24,874	29,392
27,1080	39,3859	27,030	39,402
32,7153	42,6900	32,714	43,152
43,8179	47,4715	43,805	47,487
50,0004	49,0117	49,923	48,492

Kalsit merupakan fase yang stabil pada temperatur ruang, sementara vaterit fase metastabil yang dapat bertransformasi ke dalam fase stabil [Lailiyah *et al*, 2012]. Namun kedua fase Kristal ini dapat terbentuk pada rentang suhu 10°C hingga 40°C [Apriliani *et al*, 2012], dimana pada penelitian ini reaksinya dilakukan pada suhu ruang.

3.5 Karakterisasi Produk PCC menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Untuk mendukung hasil dari XRD juga dilakukan pengukuran SEM PCC pada penggunaan asam nitrat dengan waktu karbonasi selama 90 menit, dimana pengukuran SEM ini bertujuan untuk

melihat morfologi PCC yang dihasilkan, dapat dilihat pada gambar 5.



Gambar 5. Hasil foto SEM PCC pada penggunaan asam nitrat dengan waktu karbonasi 1,5 jam

Dari gambar 5 menunjukkan bahwa bentuk kristal PCC yang dihasilkan berupa vaterit dan kalsit dengan perbesaran 5000 kali. Kalsit mempunyai bentuk kristal rombohedral, kubus, *scalenohedral*, dan prisma, sedangkan vaterit mempunyai Kristal yang berbentuk bulat (*sphere*) [Jamarun, 2007].

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, maka diperoleh kesimpulan Cangkang Kerang Darah mengandung kalsium karbonat (CaCO_3) 76,66%. Yield PCC yang diperoleh dipengaruhi oleh jenis asam dan waktu karbonasi, dimana yield tertinggi didapat pada penggunaan asam nitrat (HNO_3) dan waktu karbonasi selama 90 menit yaitu sebesar 84,42%, secara keseluruhan jenis Kristal yang dihasilkan dominan vaterit bercampur dengan sedikit kalsit.

Daftar Pustaka

- Ahn, J.W., Kim, J.H., Park, H.S., Kim, J.A., Han, C., and Kim, H., 2005, "Synthesis Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate in $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-NaOH}$ Reaction system", *J. Chem. Eng.*, 22(6): 852-856.
- Apriliani, N. F., Baqiya, Malik A., Darminto. 2012. *Pengaruh Penambahan Larutan MgCl_2 pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat Berbahan Dasar Batu Kapur dengan Metode Karbonasi*. Jurnal sains dan seni ITS vol. 1 no.1. (Sep. 2012) ISSN: 2301-928X.
- DJPT, 2011. *Statistika Perikanan Tangkap Indonesia 2010*. Kementrian Perikanan Dan Kelautan Indonesia. Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. Jakarta.
- Jamarun, N., Yulfitrin., Syukri A, 2007. *Pembuatan Precipitated Calcium Carbonat (PCC) dari Batu Kapur dengan Metoda Kautik Soda*. UNAND. Padang.
- Lailiyah, Q, Baqiya, Malik A., Darminto. 2012. *Pengaruh Temperatur Dan Laju Aliran Gas CO_2 Pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat Dengan Metode Bubbling*. Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Muntamah. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (anadara granosa,sp)*. Tesis, IPB. Bogor.
- Vogel, 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Edisi ke Lima. Diterjemahkan Oleh Setiono, L. dan Pudjaatmaka, A.H., hal.300-307, PT. Kalman Media Pusaka. Jakarta.
- Zahra, E. 2014. *Sintesa Precipitated calcium carbonate (PCC) dari Cangkang Telur Ayam Kampung dengan Metoda Karbonasi*. Universitas Riau. Pekanbaru.