

SYNTHESIS PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) USING LISIN AS DIRECTING AGENT

Pepi Helza Yanti¹, Novesar Jamarun², Syukri Arief²

¹Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau Pekanbaru¹

²Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas²

peppyhelza@yahoo.com

ABSTRACT

Synthesis Precipitated Calcium Carbonate have done using lisin as source of amino acid with modification of caustic soda method. The limestone are first calcinated by XRF to analysis composition of limestone. The result showed CaO of limestone 55,26%. Analysis using FT-IR proved a pure crystal without contain lisin. Analysis using XRD showed optimum peak $2\theta = 29,4830^\circ$. The particle size of lisin 0,05 M 68,56 nm with 88.21% calsit and 11.79% vaterit while particle size of Lisin 0.150 M 57.13 nm with 80.12% calsit and 19.89% vaterit. Based on our research proved that lisin can be used as directing agent to produce PCC.

Key words: calcination, caustic soda, directing agent, lisin, PCC

ABSTRAK

Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) menggunakan asam amino lisin telah dilakukan dengan modifikasi metode Kaustik Soda. Pada penelitian ini sampel batu kapur terlebih dahulu dikalsinasi menggunakan XRF untuk menganalisa komposisi dari batu kapur. Berdasarkan hasil kalsinasi yang dilakukan, didapatkan kandungan CaO dari batu kapur 55.26 %. Analisis menggunakan FT-IR menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk tidak terkontaminasi dengan asam amino lisin. Hasil analisa menggunakan XRD menunjukkan puncak difraksi maksimum terjadi pada $2\theta = 29,4830^\circ$. Ukuran partikel lisin yang diperoleh untuk 0.05 M 68.56 nm dengan persentase kalsitnya 88.21% dan bercampur dengan vaterit 11.79% sedangkan pada konsentrasi lisin 0.150 M, dihasilkan kalsit dengan ukuran kistal 57.13 nm dengan persentase kalsitnya 80.12% dan bercampur dengan vaterit 19.89%. Berdasarkan hasil penelitian ini, menunjukkan bahwa lisin dapat digunakan sebagai directing agent untuk menghasilkan PCC.

Kata kunci: directing agent, kalsinasi, kaustik soda, lisin, PCC

PENDAHULUAN

Komponen utama yang terdapat pada batu kapur adalah kalsium dan karbonat yang bergabung membentuk kalsium karbonat CaCO_3 . Kalsium karbonat ini banyak sekali digunakan dalam berbagai industri seperti industri cat, karet, plastik, pasta gigi, pigmen, pembuatan kertas dan sebagainya. Kalsium karbonat juga digunakan sebagai filler dan bahan pelapis (Coating)^[1]. Maka perlu dilakukan penelitian untuk mensintesis precipitated calcium carbonate (PCC) dengan cara mengontrol sifat dari (PCC) itu sendiri seperti struktur, ukuran dan bentuk dari PCC yang akan dihasilkan. Penggunaan surfaktan anionik pada vaterit CaCO_3 ^[2] dimana dari dua jenis surfaktan yang digunakan yaitu SDSN (sodium dodecyl sulfonate) dan SDSB (sodium dodecyl benzene sulfonate) didapatkan vaterit flower-like yang ditransformasikan dari struktur monolayer menjadi multilayer dengan kenaikan konsentrasi SDSN sementara untuk SDSB bentuk partikel vateritnya berubah dari plate-like menjadi rose-shape, hat-like kemudian menjadi bicone-like dengan naiknya konsentrasi SDSB. Pembuatan PCC dengan menggunakan campuran gas CO_2 dan N_2 pada larutan CaCl_2 menunjukkan bahwa konsentrasi CaCl_2 mula-mula, kecepatan alir, dan temperatur berperan penting pada pembentukan morfologi PCC yang dihasilkan^[3]. Pada penelitian ini digunakan metoda kaustik soda yang dimodifikasi dengan menggunakan asam amino sebagai *directing agent*. Untuk melihat kondisi yang paling baik dari proses pembuatan PCC ini dilakukan variasi konsentrasi dari asam amino yang digunakan yaitu lisin.

METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan adalah peralatan gelas, pH meter, neraca analitis, kertas saring Wathman 42, desikator, pompa vakum, furnace, XRF, XRD (Phillip type pw 1710), dan Spektroskopi FT-IR (Jasco 460 plus). Bahan-bahan yang digunakan adalah batu kapur, HCl, asam amino lisin, natrium karbonat (Na_2CO_3), aquabides

Analisis Komposisi Bahan baku (sampel) Sampel diambil dari daerah Lintau Buo, Sampel digiling kemudian diayak dengan ukuran $90\mu\text{m}$. Lalu sampel dianalisa dengan XRF pada suhu 1000°C selama 20 menit untuk melihat komposisi dari batu kapur tersebut. **Pembuatan PCC** Asam amino dilarutkan didalam air, lalu ditambahkan dengan Na_2CO_3 yang distirer dengan kecepatan 400rpm selama 30 menit. Kemudian ditambahkan CaO hasil kalsinasi yang dilarutkan didalam larutan HCl. Sehingga didapatkan CaCl_2 distirer lagi selama 1 jam didapatkan endapan putih, disaring, dicuci lalu dikeringkan dengan pompa vakum. Didapatkan produk PCC. PCC yang didapatkan dikarakterisasi dengan XRD dan FT-IR

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa komposisi batu kapur. Komposisi kimia yang terdapat dalam batu kapur menentukan kualitas batu kapur. Kualitas batu kapur yang baik adalah batu kapur yang mempunyai kandungan CaO yang besar dari 54 %^[1]. Hasil analisis komposisi kimia batu kapur dengan menggunakan XRF ditunjukkan pada Tabel 1. Dari table 1 ini dapat dilihat kandungan CaO yang terdapat pada sampel cukup tinggi yaitu sebesar 55.26 %.

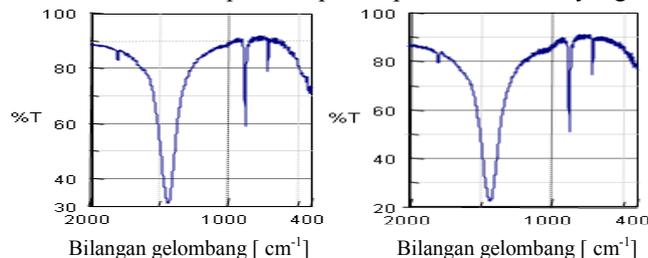
Tabel 1 Komposisi Batu Kapur hasil XRF dari daerah Lintau Buo.

Senyawa	Komposisi(%)
CaO	55.26
Fe_2O_3	0.47
MgO	0.28
SiO_2	ttd*
Al_2O_3	ttd*
LOI*	43.74

*LOI = Loss Of Ignition

*TTD= Tidak Terdeteksi

Analisa Fourier Transformation Infra Red (FT-IR). Analisis FT-IR masing-masing PCC yang didapatkan dilakukan terhadap beberapa sampel asam amino yang telah dilakukan.

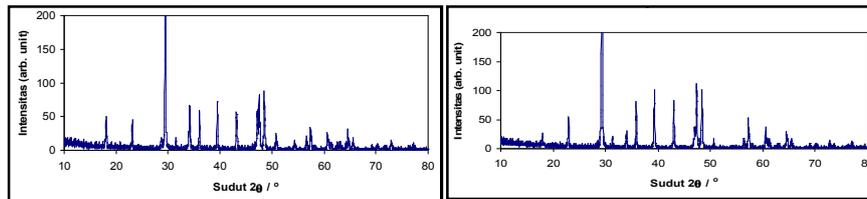


Gambar 1. Pola FT-IR PCC dengan konsentrasi lisin 0.05 M(a) dan lisin 0.150 M(b) dengan HCl 0.05 M, Natrium karbonat 0.05 M dengan waktu kontak 60 menit.

Pada Asam amino lisin 0.05 M (a) pita vibrasi yang muncul pada bilangan gelombang 875.524 cm^{-1} dan 712.569 cm^{-1} yang menunjukkan adanya adanya peregangan C-O, sementara pada bilangan gelombang 1432.85 cm^{-1} terdapat puncak yang sedikit melebar yang menandakan adanya sifat puncak CO_3^{2-} pada fasa kalsit. Analisis ini digunakan untuk untuk menegaskan karakteristik pita-pita vibrasional dari polimorfi CaCO_3 yang berbeda-beda yaitu kalsit, vaterit dan aragonit. Pada lisin 0.150 M (b) puncak-puncak dari pita yang timbul juga pada bilangan gelombang yang sama yaitu 712.569 cm^{-1} , 875.524 cm^{-1} dan 1431.89 cm^{-1} .

Analisa Hasil X-Ray Diffraction (XRD). Kristal CaCO_3 kalsium karbonat terdiri atas tiga polimorfik, yaitu kalsit, aragonit dan vaterit. Masing-masing kristal mempunyai sudut difraksi (2 θ) dan indeks miller yang berbeda-beda. Kalsit mempunyai indeks miller 104 dengan sudut

difraksi $29,5^{\circ}$ aragonit dengan indeks miller 221 pada 2θ , 47° dan vaterit mempunyai indeks miller 110 dengan nilai 2θ , 250° [4]



Gambar 2 . Pola XRD PCC dengan konsentrasi lisin 0.05 M (a) dan lisin 0.150 M(b), dengan HCl 0.05 M, Natrium karbonat 0.05 M dengan waktu kontak 60 menit.

Pada pola XRD Gambar 2.a, puncak difraksi maksimum terjadi pada 2θ sama dengan $29,4830^{\circ}$. Hal ini menunjukkan kristal PCC yang dihasilkan berupa kalsit. Selain itu terdapat pula puncak-puncak pendukung dengan sudut difraksi : $39,4731^{\circ}$; $43,1790^{\circ}$; $47,1921^{\circ}$; $74,5206^{\circ}$; $48,5319^{\circ}$. Ini sesuai dengan data JSPDS 83-0578. Dari pola XRD ini juga dapat diketahui ukuran kristal. Dimana puncak yang tajam dengan lebar puncak yang sempit menunjukkan ukuran kristalnya besar dengan ketebalan kristal $\sim 2000 \text{ \AA}$ diameter, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristal yang kecil dengan ketebalan dari kristal berada pada $50\text{-}500 \text{ \AA}$ diameter [5]. Pola XRD di atas menunjukkan lisin 0.05 vaterit 11.79%. Pada Gambar 2.b dilihat puncak difraksi maksimum pada 2θ sama dengan $29,3103^{\circ}$. Ini menunjukkan bahwa kristal PCC yang dihasilkan kalsit. Selain itu terdapat pula puncak-puncak pendukung dengan sudut difraksi : $35,8585^{\circ}$; $39,3098^{\circ}$; $43,0191^{\circ}$; $47,3653^{\circ}$. yang sesuai dengan data JSPDS 83-0578. Berdasarkan Pola XRD di atas menunjukkan pada konsentrasi lisin 0.150 M, dihasilkan kalsit dengan ukuran kristal 57.13 nm persentase kalsitnya 80.112% dan bercampur vaterit 19.89%. Sesuai dengan penelitian sebelumnya Shivkumara *et al.*[6] dengan konsentrasi asam amino 0.08 M dihasilkan kalsit dan vaterit jika dikontakkan selama 60 menit. Penelitian sebelumnya melaporkan menggunakan asam format dihasilkan kalsit dan vaterit [7]. Adanya kalsit dan vaterit terjadi karena vaterit merupakan polimorfik yang kurang stabil dibanding polimorfik lainnya. Vaterit dapat berubah menjadi kalsit dengan mediasi pelarut [8], vaterit sensitif terhadap waktu reaksi dimana lamanya waktu reaksi vaterit dapat berubah menjadi kalsit [9]. Aragonit berbentuk cluster dan discrete needle-like, sedangkan vaterit dapat berbentuk bulat (sphere).

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, Pada lisin 0.05 M dihasilkan kalsit dengan ukuran kristal 68.56 nm persentase kalsitnya 88.21% dengan vaterit 11.79% sedangkan lisin 0.150 M, dihasilkan kalsit dengan ukuran kristal 57.13 nm dengan persentase kalsitnya 80.12% dan vaterit 19.89%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Aziz, M (1997), *Kalsium Karbonat: Karakteristik serta penggunaannya dalam Industri*. Makalah Teknik, No.3 tahun 6.
- [2] Huang, J. H., Z. F. Mao, M. F. Luo (2007). *Material Research Bulletin*.xxx-xxx
- [3] Han.Y.S (2005) *Factor Affecting the phase and morphology of CaCO₃ prepared by abubbling method*.Vol 26.pp 843-847
- [4] Christos, G. K, and N. V. Venagas (2002),*Calcium Carbonate Phase Analysis Using XRD and FT. Raman Spectroscopy*, The Royal Society of Chemistry, 269 – 274
- [5] West R.A (1984), *Solid State Chemistry and Applications*. John Wiley and Sons Inc.USA
- [6] Shivkumara C, Sing P. Gupta.A. Hedge.MS (2006). *Material Research Buletin*
- [7] Noviyanti,yesi.2007.*Pengaruh Penambahan Asam Organik Terhadap Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) melalui metoda Kaustik soda*.
- [8] Lopez, M.A.,G Morales and R.Clemente.R (1996), *J Crystal Growth* 166.1015
- [9] Rui-Juan.Q and Ying-Jie Zhu (2006).*J Phys. ChemB*.110.8302-8306