

Penghilangan Kadar Klorin pada *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dengan Proses Pencucian dan Filtrasi

Removal of Chlorine Levels in Precipitate Calcium Carbonate (PCC) by Washing and Filtration Process

Nofri Naldi^{a,b,*}, Syukri Arief^a, Reni Desmiarti^b, Ellyta Sari^b, Erda Rahmilaila Desfitri^b

^aDepartemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang, 25175, Indonesia

^bDepartemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Bung Hatta, Padang, 25173, Indonesia

Artikel histori :

Diterima 12 Mei 2023
Diterima dalam revisi 10 Juli 2023
Diterima 11 Juli 2023
Online 1 November 2023

ABSTRAK: Kualitas *precipitated calcium carbonate* (PCC) yang dapat digunakan di industri kertas dan cat harus bebas dari klorin, karena dapat menyebabkan korosi pada peralatan. Hasil penelitian skala *pilot plant* kapasitas 2 kg/jam, produk PCC masih mengandung klorin (0,73 s/d 2,02 %), sedangkan standar industri <0,001%. Penelitian ini bertujuan untuk menghilangkan kadar klorin dengan metoda pencucian dan filtrasi tanpa vakum dan metode kedua pencucian dan filtrasi dengan *vacuum filter*. Proses pencucian menggunakan air PDAM, air hujan dan aquadest dengan rasio PCC dengan air pencucinya yaitu 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4. PCC yang dihasilkan dari *pilot plant* dengan dua jenis PCC yaitu PCC dengan konsentrasi pelarut NH₄Cl 12,5 g/L dan 50 g/L. Hasil penelitian menunjukkan penggunaan air PDAM dapat menurunkan kadar klorin 0,0322% (NH₄Cl 12,5 g/L) dan 0,0959% (NH₄Cl 50 g/L) dengan metoda pencucian dan filtrasi tanpa vakum dengan rasio 1:4. Kadar klorin yang diperoleh pada metode pencucian dan filtrasi dengan *vacuum filter* kadar klorin menjadi 0,0203% (pelarut NH₄Cl 12,5 g/L) dan 0,0364% (pelarut NH₄Cl 50 g/L). Morfologi PCC dipengaruhi konsentrasi NH₄Cl. Kristal kalsit untuk konsentrasi NH₄Cl (12,5 g/L) dan kristal aragonit untuk konsentrasi NH₄Cl 50 g/L. Ukuran partikel yang diperoleh PCC 2 - 5 µm.

Kata Kunci: *precipitated calcium carbonate*; pencucian; filtrasi; klorin; kristal PCC

ABSTRACT: The quality of precipitated calcium carbonate (PCC) which can be used in the paper and paint industry must be free of chlorine, because it can cause corrosion on equipment. The results of a *pilot plant* scale study with a of 2 kg/hour capacity, PCC products still contain chlorine (0.73 to 2.02%), while the industry standard is <0.001%. This study aims to remove chlorine levels by washing and filtration method without a vacuum and the second method of washing and filtration with a vacuum filter. The washing process uses PDAM water, rainwater and distilled water with ratios of PCC to washing water, namely 1:1, 1:2, 1:3 and 1:4. PCC produced from a *pilot plant* with two types of PCC, namely PCC with a solvent concentration of NH₄Cl 12.5 g/L and 50 g/L. The results showed that the use of PDAM water can reduce chlorine levels by 0.0322% (NH₄Cl 12.5 g/L) and 0.0959% (NH₄Cl 50 g/L) using the washing and filtration method without vacuum with a ratio of 1:4. The chlorine content obtained in the washing and filtration method with a vacuum filter reduced the chlorine content to 0.0203% (12.5 g/L NH₄Cl solvent) and 0.0364% (50 g/L NH₄Cl solvent). Concentration of NH₄Cl influenced by PCC morphology. Calcite crystals for NH₄Cl (12.5 g/L) and aragonite crystals for NH₄Cl 50 g/L. The particle size obtained by PCC was 2 - 5 µm.

Keywords: precipitated calcium carbonate; washing; filtration; chlorine; PCC crystals

1. Pendahuluan

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) memiliki rumus molekul CaCO₃. Keistimewaan karakteristik PCC menyebabkan pemakain dalam industri semakin luas (Abeywardena et al., 2020). PCC memiliki 3 polimorf kristal anhidrat yaitu kalsit (Altiner & Yildirim, 2017), veterit (Zhang et al., 2020), dan aragonit (Sari et al., 2022) dengan struktur *rhombohedral*, *hexagonal* dan *orthorhombic* (Sarkar & Mahapatra, 2010). PCC mempunyai nilai ekonomi yang tinggi karena memiliki

keunggulan seperti ukuran partikel yang kecil (mikro), sifatnya yang mudah diatur, kehomogenanya yang tinggi serta keseragaman bentuk partikelnya tinggi (Farrag et al., 2022). Saat ini PCC telah digunakan dalam bidang kesehatan (Wu et al., 2014), makanan dan minuman, farmasi, industri kertas, plastik, mantel, tinta, cat, dan pipa polimer (Altiner et al., 2019).

Proses pembuatan PCC dimulai dengan melarutkan CaO dengan air membentuk Ca(OH)₂, kemudian Ca(OH)₂ direaksikan dengan gas CO₂ membentuk CaCO₃ yang sudah terpresipitasi. Nilai kelarutan CaO dalam air sebesar 1,3376 g/L (Supelco, 2022). Peningkatan kelarutan CaO

dalam air dengan menambahkan asam atau garam. Penelitian yang telah dilakukan mengenai produksi PCC telah banyak dilakukan dengan berbagai macam proses, dan penggunaan berbagai macam jenis pelarut yang bertujuan untuk meningkatkan kelarutan CaO dalam air. Altiner et al., 2021 meneliti pengaruh efek ultrasonik pada produksi partikel PCC dari desulfurasi gipsum dengan metoda *direct mineral carbonation* menggunakan konvensional dan *venturi tube* reaktor (menggunakan sumber alkali yang berbeda yaitu NaOH, KOH dan NH₄OH).

Oil shale ash (abu serpih minyak) bisa dijadikan alternatif sumber kalsium untuk produksi PCC (Tamm et al., 2017) dengan menggunakan *leaching* dan *carbonisation* reaktor dengan pelarut air. Hasil yang didapatkan berupa PCC tipe *filler*. Munawaroh et al., 2020 mensintesis PCC dari Ca(OH)₂ yang direaksikan dengan CO₂. Konsentrasi Ca(OH)₂ divariasikan dengan konsentrasi 0,5 M, 1M dan 1,5 M dengan laju alir CO₂ 8 L/min. Hasil yang di peroleh kristal PCC dengan morfologi *rhombohedral cubic*. Konsentrasi Ca(OH)₂ 1,5 M menghasilkan ukuran kristal yang kecil dibandingkan dua konsentrasi lainnya.

Shirsath et al., 2015 memproduksi PCC dengan metoda *precipitation* pada temperatur ruang menggunakan reaktor bepengaduk dibawah lingkungan ultrasonik dan dibandingkan dengan metoda pengadukan secara konvensional. Hasil yang diperoleh kristal PCC dengan fase *rhombohedral* kalsit. Yang et al., 2021 dalam penelitiannya produksi PCC berukuran nano dengan proses pencampuran larutan sederhana, dimana larutan sodium karbonat di injeksikan ke dalam larutan kalsium klorida sehingga menghasilkan PCC.

El-Sheikh et al., 2013 dalam penelitiannya menambahkan zat aditif *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) dalam produksi PCC. Hasil dari penelitian diperoleh pada temperatur 80°C menghasilkan PCC jenis kalsit dengan bentuk morfologi *scalenohehdral*. Pelarut dan zat aditif lain yang bisa ditambahkan dalam produksi PCC yaitu *polyacrylic acid* (PAA) (Huang et al., 2007; Laukala et al., 2017), *Ammonium Chloride* (NH₄Cl) (Teir, Kotiranta, et al., 2016), CH₃COONH₄, NH₄NO₃ (Pusparizkita et al., 2023). Namun, sebagian besar aditif kimia ini biasanya akan membentuk limbah yang bersifat beracun dan sebagian terakumulasi pada permukaan partikel PCC, sehingga menimbulkan efek toksik pada beberapa aplikasi, terutama aplikasi medis dan farmasi. Oleh karena itu, perlu adanya proses tambahan untuk menghilangkan zat-zat aditif yang masih terkandung di dalam produk PCC supaya tidak menimbulkan efek toksik dan merugikan bagi konsumen PCC. Efek toksik yang dihasilkan oleh pelarut dan zat aditif seperti NH₄Cl dapat dihilangkan dengan proses pencucian dan penyaringan, diantaranya *Pressure Filtration Test* dan *Vacuum Filtration* (Teir, Auvinen, et al., 2016). Penelitian yang berhubungan dengan penghilangan kadar klorin pada PCC masih sedikit yang dilakukan. Oleh karena itu penelitian untuk

mengoptimasi penghilangan kadar klorin pada PCC sangat penting untuk dikembangkan.

Pilot plant PCC yang berada di Laboratorium *Renewable Energy*, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Bung Hatta yang memproduksi PCC dengan menggunakan NH₄Cl sebagai pelarut. Konsentrasi NH₄Cl yang digunakan yaitu 12,5 g/L dan 50 g/L sehingga menghasilkan PCC dengan tipe kalsit dan aragonit. Dengan penggunaan pelarut NH₄Cl ini dapat melarutkan CaO sebanyak 50% sampai dengan 80% (Teir, Auvinen, et al., 2016), dimana lebih tinggi di dibandingkan menggunakan pelarut air. Namun dalam penggunaan pelarut NH₄Cl ini menyebabkan kandungan klorin pada produk PCC yang dihasilkan sebesar dengan PCC tipe kalsit yaitu 0,7278% dan PCC tipe aragonit yaitu 2,0231%. Sehingga produk PCC yang dihasilkan tidak memenuhi standar industri kertas, cat, polimer, farmasi dan makanan dengan standar kadar klorin yang diperbolehkan kecil dari 0,01%. Penelitian ini bertujuan untuk mencari kondisi optimum proses pencucian yang dikombinasikan dengan filtrasi untuk menghilangkan kadar klorin yang terdapat di PCC, sehingga produk PCC yang dihasilkan sesuai dengan standar baku mutu industri.

2. Metode Penelitian

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) yang berasal dari *Pilot plant* PCC dengan konsentrasi pelarut NH₄Cl yaitu 12,5 g/L dan 50 g/L.

Tabel 1. Spesifikasi PCC

Komponen	[NH ₄ Cl]	[NH ₄ Cl]
	12,5 g/L	50 g/L
Al ₂ O ₃ (%)	0,13	0,19
SiO ₂ (%)	0,19	0,16
CaCO ₃ (%)	97,48	96,67
SO ₄ (%)	1,29	0,69
MgO (%)	0,06	0,17
Fe ₂ O ₃ (%)	0,06	0,09
SrO (%)	0,04	0,02
Cl (%)	0,73	2,02

Spesifikasi PCC yang akan digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 1. Air pencuci yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari air PDAM, air hujan dan aquadest. Spesifikasi air pencuci dapat dilihat pada Tabel 2.

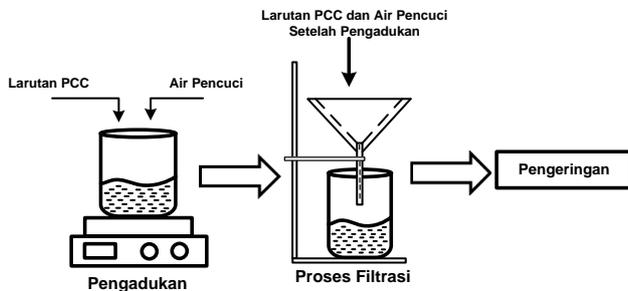
Tabel 2. Spesifikasi Air Pencuci

Komponen	CaCO ₃	Cl	pH
	(mg/L)	(mg/L)	
Air PDAM	83,5	10,5	6-7
Air Hujan	63,6	8,42	6-7
Aquadest	4,24	1,09	6-7

2.2 Percobaan

2.2.1 Pencucian dan filtrasi tanpa vacuum

Untuk skema percobaan pertama dapat dilihat pada Gambar 1. Larutan PCC di masukkan ke dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan air pencuci untuk menghilangkan kadar klorin yang ada di PCC. Air pencuci yang digunakan yaitu air PDAM, air hujan dan aquadest.

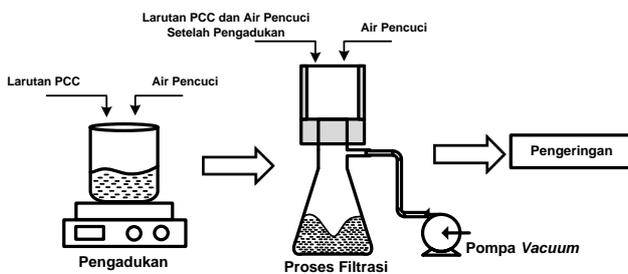


Gambar 1. Skema Pencucian dan Filtrasi Tanpa Vacuum

Pebandingan jumlah PCC dengan air pencuci (w/v) yaitu 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4. Larutan PCC yang telah ditambahkan air pencuci diaduk dengan kecepatan 240 rpm menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 menit. Setelah itu, larutan PCC disaring menggunakan kertas saring dengan ukuran pori 0,45 μm dan dikeringkan menggunakan oven dengan temperatur 90 $^{\circ}\text{C}$ sampai 100 $^{\circ}\text{C}$ selama 3 jam.

2.2.2 Pencucian dan Filtrasi dengan Vacuum Filter

Skema percobaan kedua dapat dilihat pada Gambar 2. Larutan PCC dan air pencuci dimasukkan ke dalam *beaker glass*. Air pencuci yang digunakan berasal dari PDAM, air hujan dan aquadest. Pebandingan jumlah PCC dengan air pencuci (w/v) yaitu 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4.



Gambar 2. Skema Pencucian dan filtrasi dengan Vacuum Filter

Larutan PCC yang telah ditambahkan air pencuci diaduk dengan kecepatan 240 rpm menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 menit. Setelah itu, larutan PCC disaring menggunakan *vacuum filter* sambil dialirkan air pencuci dari atas *vacuum filter*, padatan PCC yang telah disaring kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan temperatur 90 $^{\circ}\text{C}$ sampai 100 $^{\circ}\text{C}$ selama 3 jam.

2.3 Analisis

Komposisi PCC diamati menggunakan analisis XRF (*X-ray fluorescence spectrometry*) Rigaku Supermini200, Latvia. Spektrometer XRF menyinari sinar-X dan mengukur fluoresen panjang gelombang emisi sampel (Desmiarti et al., 2022). Komposisi yang akan diidentifikasi yaitu, CaCO_3 dan Klorin. Untuk analisa morfologi PCC menggunakan SEM (*Scanning electron microscope*) HITACHI (HITACHI FLEXSEM 100). Untuk analisis ukuran partikel PCC menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) Shimadzu tipe SALD-7500nano. Semua proses analisa sampel pada penelitian ini dilakukan di Research & Technology Center Laboratory Services PT. Pertamina (Persero).

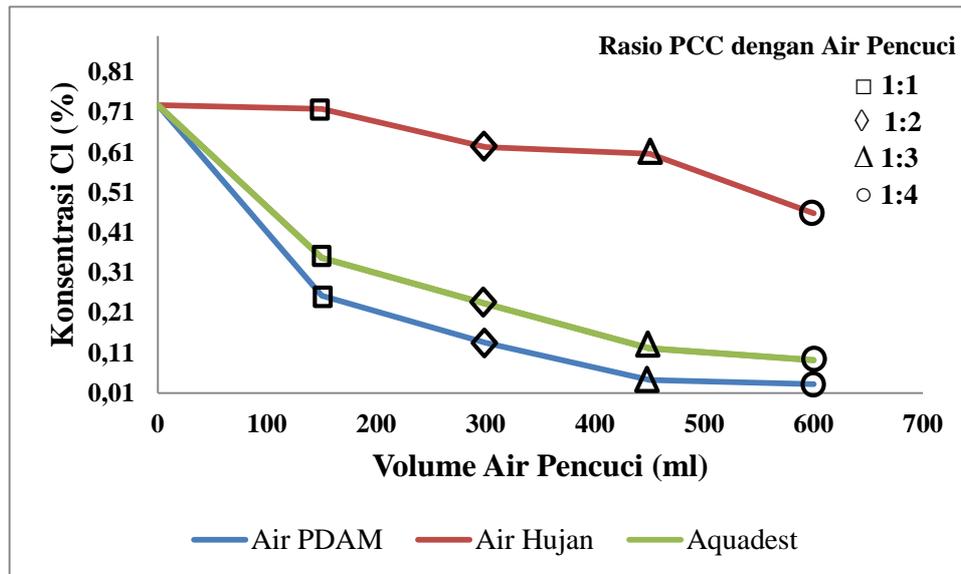
3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengaruh Jenis Air Pencuci Terhadap Kadar Klorin

3.1.1 Pencucian Dan Filtrasi Tanpa Vacuum

Berdasarkan hasil uji menggunakan spektrometer XRF terhadap sampel PCC yang telah dicuci menggunakan 3 jenis air pencuci dengan variasi volume air (1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4) maka diperoleh, semakin banyak air pencuci yang digunakan, kadar klorin yang ada pada PCC akan semakin berkurang. Penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L dapat dilihat pada Gambar 3. Kadar klorin yang terkandung pada PCC sebelum dilakukan pencucian yaitu 0,7278%. Setelah dicuci menggunakan air PDAM dengan perbandingan PCC dengan air pencuci 1:1, kadar klorin menurun menjadi 0,2524%. Pada perbandingan 1:2, kadar klorin pada PCC turun menjadi 0,1348%. Kadar klorin semakin turun dengan penggunaan air dengan perbandingan 1:3 dan 1:4, dengan penghilangan klorin 0,0421% dan 0,0222%. Dari hasil penelitian yang didapat menunjukkan bahwa kandungan klorin yang terkandung pada air PDAM tidak mempengaruhi kadar klorin yang ada di PCC, yang dibuktikan dengan turunnya kandungan klorin pada PCC. Pada penggunaan air hujan sebagai air pencuci dengan perbandingan volume air yang sama dapat menurunkan kadar klorin 0,7148% (1:1), 0,6229% (1:2), 0,6062% (1:3) dan 0,4581% (1:4).

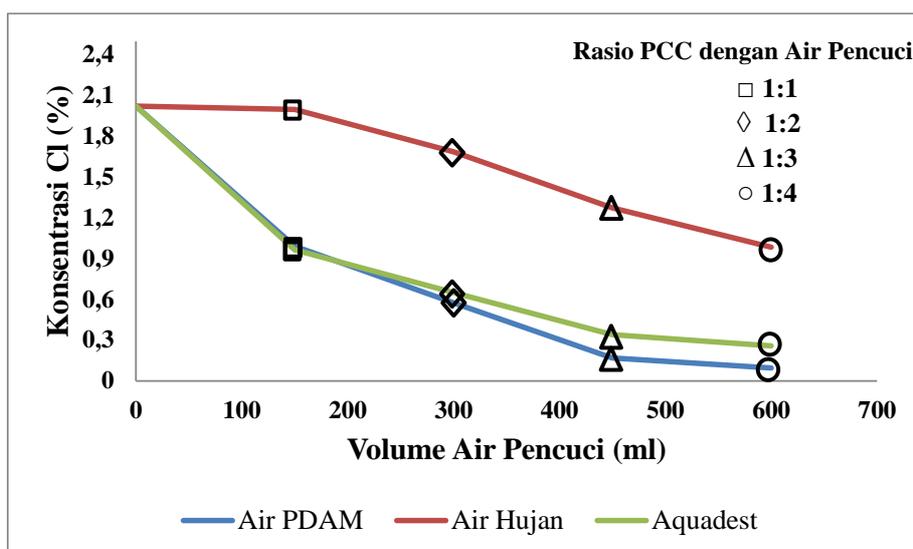
Sedangkan penggunaan air pencuci dengan aquadest pada perbandingan 1:1 dapat menurunkan kadar klorin menjadi 0,3471%, pada perbandingan 1:2 dengan kadar klorin 0,2335%, perbandingan 1:3 menjadi 0,1225% dan 0,0926% pada perbandingan 1:4. Pada penggunaan ketiga jenis air pencuci, dapat disimpulkan penggunaan air yang berasal dari PDAM dengan perbandingan 1:4 dapat menurunkan kadar klorin paling rendah yaitu 0,0222% lebih rendah dibandingkan dengan 2 jenis air pencuci lainnya, dengan persen penghilangan klorin sebesar 97%.



Gambar 3. Hasil Analisa XRF untuk pengaruh penggunaan air pencuci terhadap penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L

Gambar 4 merupakan hasil penghilangan kadar klorin dengan menggunakan PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 50 g/L. Proses pencucian menggunakan 3 jenis air pencucian dengan variasi perbandingan volume air pencuci. Pada PCC ini sebelum pencucian kadar klorin yang terkandung pada PCC sebesar 2,0231% lebih tinggi dibandingkan dengan PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L. Pada penggunaan air pencucian yang berasal dari air PDAM dapat menurunkan kadar klorin sampai 0,9916% pada perbandingan PCC dengan air pencuci 1:1. Semakin besar perbandingan PCC dengan air pencuci klorin yang terkandung didalam PCC semakin menurun, pada perbandingan 1:2, 1:3 dan 1:4 secara berturut kadar klorinnya 0,5747%, 0,1687% dan 0,0959%. Pada penggunaan air hujan sebagai air pencuci dapat

menurunkan kadar klorin menjadi : perbandingan 1:1 (1,9970%), 1:2 (1,6851%), 1:3 (1,2734%) dan 1:4 (0,9832%). Pada penggunaan aquadest sebagai air pencuci, pada perbandingan PCC dengan aquadest 1:1 dapat menurunkan kadar klorin menjadi 0,9649%. Sedangkan pada perbandingan 1:2 kadar klorin turun menjadi 0,6491%. Pada perbandingan 1:3 dan 1:4 kadar klorin menurun menjadi 0,3405% dan 0,2574%. Dari penggunaan tiga jenis air pencuci (air PDAM, air hujan dan aquadest), air PDAM dengan perbandingan 1:4 dapat menurunkan kadar klorin menjadi 0,0959% lebih rendah dibandingkan dua jenis air pencuci lainnya pada perbandingan yang sama, dengan persen penghilangan kadar klorin sebesar 95%.

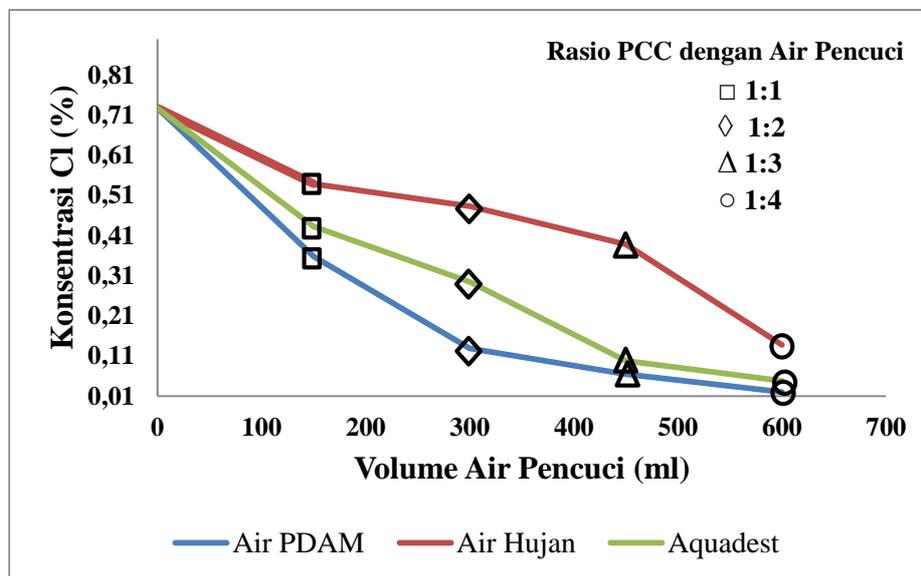


Gambar 4. Hasil Analisa XRF untuk pengaruh penggunaan air pencuci terhadap penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 50 g/L

Pada penelitian sebelumnya, Teir, Auvinen, et al., 2016 menggunakan pelarut NH_4Cl dalam memproduksi PCC. Masalah yang sama dihadapi yaitu kandungan klorin yang tinggi pada produk PCC. Pada penelitiannya Teir (2016) menggunakan proses pencucian dan filtrasi menggunakan *Pressure Filtration* untuk menghilangkan kadar klorin. Pada proses *Pressure Filtration* ini PCC melalui proses 3 kali filtrasi menggunakan tekana, proses pencucian dan pengeringan. Hasil yang diperoleh, PCC dengan tipe kalsit dapat menurunkan kadar klorin sebesar 99%, sedangkan untuk PCC tipe aragonit dapat menurunkan kadar klorin sebesar 98%. Dibandingkan dengan penelitian Teir (2016), pada penelitian ini dengan adanya pengadukan dapat menurunkan kadar klorin 92% sampai 94% tanpa menggunakan tekanan. Dengan hasil yang diperoleh perlu adanya optimasi pencucian dan filtrasi untuk penghilangan kadar klorin pada PCC.

3.1.2 Pencucian Dan Filtrasi Dengan *Vacuum Filter*

Perbedaan pengerjaan pada langkah pencucian yang pertama yaitu pada pemisahan PCC dengan air pencucinya. Pada pengerjaan kedua ini menggunakan *vacuum filter* untuk memisahkan PCC dengan air pencucinya. Dengan menggunakan *vacuum filter* dapat mempersingkat waktu filtrasi atau pemisahan PCC dari larutannya. Penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L dapat dilihat pada Gambar 5. Air pencuci yang digunakan sama dengan langkah yang pertama, yaitu air pencuci yang berasal dari air PDAM, air hujan dan aquadest. Pada penggunaan air PDAM pada proses pencucian PCC, pada perbandingan 1:1 dapat menurunkan kadar klorin yang awalnya 0,7278% menjadi 0,3579%. Kadar klorin pada PCC semakin menurun saat perbandingan PCC dengan air pencuci semakin besar, dimana dapat dilihat pada perbandingan 1:2 kadar klorin menurun menjadi 0,1286%, pada perbandingan 1:3 dan 1:4 kadar klorin menurun menjadi 0,0645% dan 0,0203%.



Gambar 5. Hasil Analisa XRF untuk pengaruh penggunaan air pencuci terhadap penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L

Jenis air pencuci kedua yang digunakan yaitu air hujan, pada perbandingan yang sama dengan air PDAM (1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4) kadar klorin yang diperoleh yaitu 0,5391%, 0,4832%, 0,3882% dan 0,1376%, dimana lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan air PDAM. Air pencuci ketiga yang digunakan yaitu aquadest pada perbandingan yang sama dengan dua jenis air pencuci yang digunakan sebelumnya. Pada perbandingan 1:1 dapat menurunkan kadar klorin pada PCC menjadi 0,4326%. Pada perbandingan 1:2, 1:3 dan 1:4 dapat menurunkan kadar klorin pada PCC menjadi 0,2943%, 0,0974% dan 0,0476%, dimana lebih rendah dibandingkan dengan penggunaan air hujan.

Gambar 6 merupakan hasil penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L, dengan jenis dan perbandingan air pencuci yang sama. Air pencuci pertama yang digunakan yaitu air PDAM, pada

perbandingan 1:1 dapat menurunkan kadar klorin menjadi 1,2986% dimana kadar awal klorin sebelum pencucian yaitu 2,0231%. Pada perbandingan 1:2 (1,0791%), perbandingan 1:3 (0,4949%) dan perbandingan 1:4 (0,0364%). Pada penggunaan jenis air pencuci yang kedua yaitu air hujan dapat menurunkan kadar klorin pada perbandingan 1:1 sebesar 1,7949%, perbandingan 1:2 sebesar 1,3575%, perbandingan 1:3 sebesar 0,8352% dan perbandingan 1:4 sebesar 0,2583%. Pada penggunaan jenis air pencuci yang ketiga yaitu aquadest dapat menurunkan kadar klorin menjadi 1,5025% (1:1), 0,9221% (1:2), 0,2935% (1:3) dan 0,0687% (1:4).

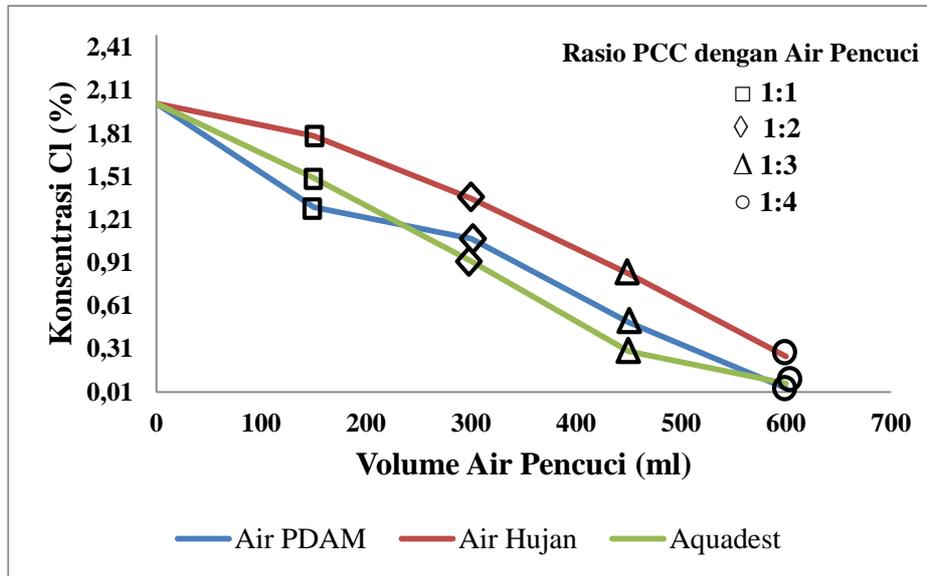
Dari dua jenis percobaan yang dilakukan yaitu proses pencucian dan filtrasi tanpa *vacuum* dan proses pencucian dan filtrasi dengan *vacuum filter*. Dalam penghilangan kadar klorin pada PCC, percobaan kedua lebih bagus dalam penghilangan kadar klorin dengan jenis air pencuci air

PDAM dengan perbandingan 1:4. Dimana dapat menurunkan kadar klorin menjadi 0,0203% (PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L) dan 0,0364% (PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L).

Penelitian mengenai proses pencucian PCC ini telah dilakukan oleh (Teir, Auvinen, et al., 2016). Pada penelitiannya menggunakan *vacuum filter* dalam proses pemisahannya. Hasil yang diperoleh yaitu PCC dengan tipe

kalsit kadar klorinnya turun sebesar 99%, sedangkan PCC dengan tipe aragonit dengan kadar klorin turun sebesar 99% dengan menggunakan tekanan yang berbeda.

Sedangkan pada penelitian ini persen penurunan kadar klorin pada PCC menggunakan *vacuum filter* sebesar 97%. Dengan hasil yang di peroleh perlu adanya optimasi proses pencucian dan filtrasi pada PCC sehingga kadar klorin yang dihasilkan memenuhi standar industri.

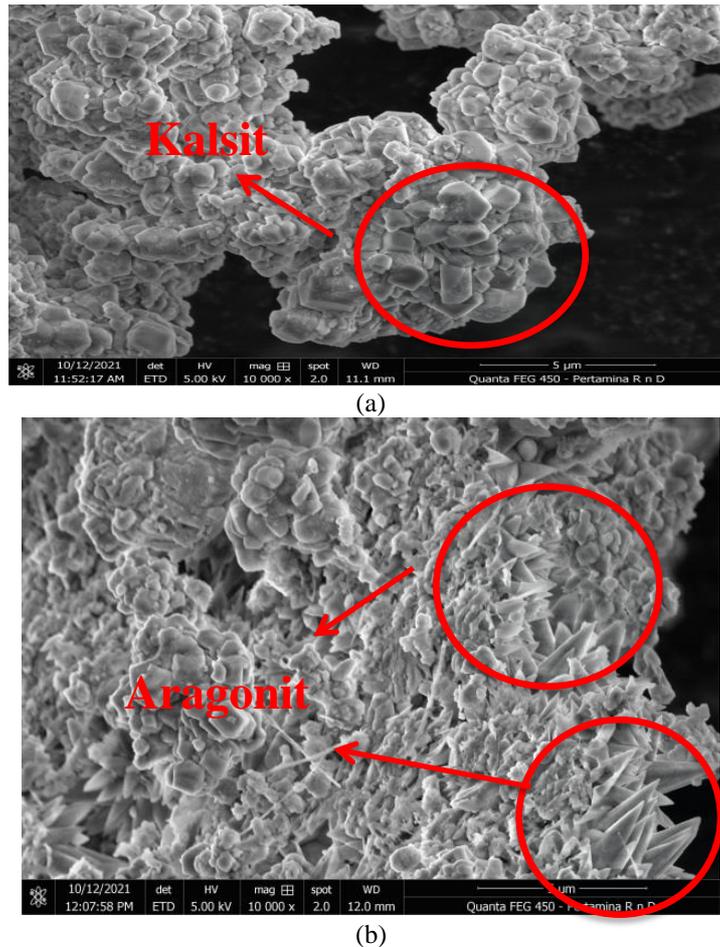


Gambar 6. Hasil Analisa XRF untuk pengaruh penggunaan air pencuci terhadap penghilangan kadar klorin pada PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 50 g/L

3.2 Pengaruh Jenis Air Pencuci Terhadap Morfologi PCC

Analisis morfologi PCC menggunakan *Scanning electron microscope* (SEM). Hasil analisa SEM dapat dilihat pada Gambar 7. PCC yang digunakan dalam penelitian ini yaitu PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L dan 50 g/L. PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L memiliki bentuk kristal kalsit dan PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L memiliki bentuk kristal aragonit (Marteighianti et al., 2022). Dengan adanya proses pencucian tidak mempengaruhi bentuk atau morfologi dari PCC. Pembentukan morfologi PCC terjadi selama proses karbonasi, dimana partikel kalsium akan teraglomerasi menjadi bentuk kristal yang berbeda dibawah suhu yang berbeda (Song et al., 2020). Kristal kalsit mulai terbentuk

pada temperatur 30 °C, untuk kristal aragonite memtuhkan temperatur yang lebih tinggi (Sari et al., 2022). Selain dari pengaruh temperatur, proses terbentuknya kristal PCC di pengaruhi juga oleh jenis pelarut yang digunakan dan jenis peralatan reaktor yang digunakan (Al et al., 2022; Ardiyanta, et al., 2021).



Gambar 7. Hasil analisis SEM pada PCC dengan perbesaran 10000x (a) kalsit (konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L), (b) aragonit (konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L).

3.3 Pengaruh Jenis Air Pencuci Terhadap Ukuran Partikel PCC

Analisa ukuran partikel PCC menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA). Sampel PCC yang dianalisa yaitu PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L dan 50 g/L. Hasil analisa ukuran partikel untuk PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L dapat dilihat pada Tabel 3, dan untuk PCC dengan konsentrasi NH_4Cl 50 g/L dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 3. Hasil Analisa Ukuran Partikel PCC dengan Konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L

Test Parameter (μm)	Unit	Hasil			
		A	B	C	D
0 - 1	%	2,3	2,3	2,3	2,3
2 - 5	%	68,2	68,2	68,2	68,2
6 - 10	%	28,7	28,7	28,7	28,7
11 - 16	%	0,8	0,8	0,8	0,8
average	%	3,9	3,9	3,9	3,9

Keterangan : A (PCC sebelum pencucian), B (Pencucian dengan Air PDAM), C (Pencucian dengan Air Hujan), dan D (Pencucian dengan Aquadest).

Dari hasil pengukuran ukuran partikel pada PCC yang menggunakan pelarut NH_4Cl dengan konsentrasi 12,5 g/L diperoleh ukuran partikel 11-16 μm (0,8%), ukuran partikel 6-10 μm (28,7%), 2-5 μm (68,2%) dan 0-1 μm (2,3%). Setelah PCC di cuci menggunakan 3 jenis air pencuci (air PDAM, air hujan dan aquadest) ukuran partikel dari PCC tidak mengalami perubahan.

Tabel 4. Hasil Analisa Ukuran Partikel PCC dengan Konsentrasi NH_4Cl 50 g/L

Test Parameter (μm)	Unit	Hasil			
		A	B	C	D
0 - 1	%	2,4	2,4	2,4	2,4
2 - 5	%	73,8	73,8	73,8	73,8
6 - 10	%	23,7	23,7	23,7	23,7
11 - 16	%	0,1	0,1	0,1	0,1
average	%	3,7	3,7	3,7	3,7

Keterangan : A (PCC sebelum pencucian), B (Pencucian dengan Air PDAM), C (Pencucian dengan Air Hujan), dan D (Pencucian dengan Aquadest).

Hal itu juga terjadi pada PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L. Ukuran partikel PCC sebelum dilakukan

proses pencucian yaitu partikel dengan ukuran 0-1 μm (2,4%), 2-5 μm (73,8%), 6-10 μm (23,7%) dan ukuran partikel 11-16 μm (0,1%). Setelah dilakukan proses pencucian dengan menggunakan 3 jenis air pencuci (air PDAM, air hujan dan aquadest) ukuran partikelnya sama dengan sebelum pencucian.

Teir, Auvinen, et al., 2016, dalam penelitiannya ukuran partikel PCC sebelum proses pencucian dan pemisahan yaitu 41 - 84 μm untuk PCC tipe kalsit dan 27 - 50 μm untuk PCC tipe aragonit. Setelah proses pencucian dan pemisahan dilakukan, ukuran partikel untuk PCC tipe kalsit dan aragonit tidak mengalami perubahan. Ukuran partikel PCC terbentuk pada proses reaksi pembentukan PCC pada reaktor (Onn et al., 2019).

3.4 Kualitas PCC Dibandingkan Dengan Kebutuhan Industri

Kualitas produk PCC yang telah dihasilkan dari proses pencucian dengan dua metoda percobaan yaitu pencucian dan filtrasi tanpa *vacuum* dan pencucian dan filtrasi dengan *vacuum filter*. Dari kedua metoda percobaan yang telah dilakukan, hasil yang terbaik di peroleh pada metoda percobaan kedua menggunakan air PDAM sebagai air pencuci dengan perbandingan 1:4. Pada metoda percobaan kedua ini diperoleh kadar klorin terakhir sebesar 0,0203% untuk PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L dan 0,0364% untuk PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L.

Tabel 5. Pebandingan PCC *Pilot plant* dengan PCC Komersial.

Komponen	PCC <i>Pilot plant</i>		PCC Komersial		
	$[\text{NH}_4\text{Cl}]$ 12,5 g/L	$[\text{NH}_4\text{Cl}]$ 50 g/L	Industri Kertas, Cat dan Polimer	Industri Makanan	Industri Farmasi
Al_2O_3 (%)	0,24	0,17	0,12	0,02	0,08
SiO_2 (%)	0,24	0,19	0,16	0,03	0,03
CaCO_3 (%)	98,00	98,34	97,18	99,58	97,08
pMgO (%)	0,12	0,39	1,32	0,18	0,64
Fe_2O_3 (%)	0,06	0,09	0,02	0,03	0,03
Cl (%)	0,02	0,04	0	0	0,01

Dengan berkurangnya kadar klorin pada PCC menyebabkan kandungan PCC atau kemurnian dari PCC semakin meningkat.

PCC yang telah dihasilkan atau di produksi diharapkan dapat diaplikasikan ke dunia industri yang membutuhkan PCC sebagai bahan baku. Untuk itu perlu dilakukan perbandingan kualitas PCC yang dihasilkan oleh *pilot plant* dengan PCC komersial yang dihasilkan oleh industri. Saat ini PCC telah digunakan dalam bidang kesehatan (Wu et al., 2014), makanan dan minuman, farmasi, industri kertas, plastik, mantel, tinta, cat, dan pipa polimer (Altiner et al., 2019). Untuk perbandingan PCC yang dihasilkan *pilot plant* dengan PCC komersial dapat dilihat pada Tabel 5. Kemurnian atau kandungan PCC yang diproduksi *pilot plant* dengan PCC konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L sebesar 98 % dan PCC konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L sebesar 98,34%. Dibandingkan dengan komposisi awal PCC sebelum dilakukan proses pencucian (Tabel 1) untuk penghilangan kadar klorin, kandungan PCC meningkat seiring dengan penghilangan kadar klorin. Dilihat dari komposisi atau kemurnian PCC yang dihasilkan yang telah mencapai 98%, PCC yang diproduksi oleh *pilot plant* dapat diaplikasi ke industri kertas, cat dan polimer. Dimana komposisi atau kemurnian PCC yang dipakai pada industri tersebut sebesar 97,19%. Namun, standar klorin yang dibutuhkan industri belum memenuhi. Dimana standar klorin yang dibutuhkan industri cat, kertas dan polimer adalah 0%. Sedangkan kandungan klorin yang diperoleh setelah proses pencucian yaitu berkisar antara

0,02% dan 0,04%. Untuk aplikasi pada industri farmasi, dari segi komposisi PCC *pilot plant* memenuhi standar industri farmasi yaitu sebesar 97,18%. Namun kandungan klorin yang terdapat pada PCC *pilot plant* belum memenuhi standar, dimana kadar klorin yang diperbolehkan sebesar 0,01%. Karena dengan adanya kandungan klorin pada PCC akan memberikan dampak negatif apabila diaplikasikan pada industri farmasi dan makanan (Teir, Kotiranta, et al., 2016).

4. Kesimpulan

Hasil dari penelitian proses penghilangan kadar klorin menggunakan proses pencucian dan filtrasi dengan menggunakan dua metoda, diperoleh metoda yang optimal dalam penghilangan kadar klorin yaitu metode dengan proses pencucian dan filtrasi dengan *vacuum filter* dengan menggunakan air PDAM sebagai air pencuci (perbandingan PCC dengan air pencuci 1:4). Efisiensi penurunan kadar klorin dengan menggunakan *vacuum filter* untuk PCC dengan konsentrasi pelarut NH_4Cl 12,5 g/L yaitu 97% dan PCC konsentrasi pelarut NH_4Cl 50 g/L 98%.

Morfologi PCC yang terbentuk yaitu kalsit (konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L) dan aragonit (konsentrasi NH_4Cl 12,5 g/L). Untuk ukuran partikel PCC yang paling dominan berada pada ukuran 0 - 16 μm . Proses pencucian tidak mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel PCC. Untuk aplikasi produk PCC *pilot plant* yang telah diproduksi dalam hal kemurnian telah memenuhi standar

industri kertas, cat dan polimer, namun dalam kadar klorin butuh pengoptimalan proses pencucian supaya memenuhi standar industri.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PT Pertamina (Persero) yang telah membantu dalam analisa sampel sehingga dapat melancarkan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Abeywardena, M. R., Elkaduwe, R. K. W. H. M. K., Karunarathne, D. G. G. P., Pitawala, H. M. T. G. A., Rajapakse, R. M. G., Manipura, A., & Mantilaka, M. M. M. G. P. G. (2020). Surfactant assisted synthesis of precipitated calcium carbonate nanoparticles using dolomite: Effect of pH on morphology and particle size. *Advanced Powder Technology*, *31*(1), 269–278. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2019.10.018>
- Altiner, M., Top, S., & Kaymakoğlu, B. (2021). Ultrasonic-assisted production of precipitated calcium carbonate particles from desulfurization gypsum. *Ultrasonics Sonochemistry*, *72*. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105421>
- Altiner, M., Top, S., Kaymakoğlu, B., Seçkin, I. Y., & Vapur, H. (2019). Production of precipitated calcium carbonate particles from gypsum waste using venturi tubes as a carbonation zone. *Journal of CO2 Utilization*, *29*(December 2018), 117–125. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2018.12.004>
- Altiner, M., & Yildirim, M. (2017). Production of precipitated calcium carbonate particles with different morphologies from dolomite ore in the presence of various hydroxide additives. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, *53*(1), 413–426. <https://doi.org/10.5277/ppmp170133>
- Desmiarti, R., Sari, E., Firdaus, F., Desfitri, E., Amir, A., Salsabil, I., Rosadi, M., & Naldi, N. (2022). The Effect of Calcination Temperature on The Quality of Quicklime from Different Limestone Mines in West Sumatera, Indonesia. *Journal of Applied Agricultural Science and Technology*, *6*(1), 41–48. <https://doi.org/10.55043/jaast.v6i1.44>
- El-Sheikh, S. M., El-Sherbiny, S., Barhoum, A., & Deng, Y. (2013). Effects of cationic surfactant during the precipitation of calcium carbonate nano-particles on their size, morphology, and other characteristics. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *422*, 44–49. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2013.01.020>
- F, M., M, A., & L, K. M. (2020). *The effect of Ca (OH) 2 slurry concentration on precipitated CaCO 3 product The Effect of Ca (OH) 2 Slurry Concentration on Precipitated. 020017*(December 2019).
- 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*(July), 100236. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2022.100236>
- Huang, S. C., Naka, K., & Chujo, Y. (2007). A carbonate controlled-addition method for amorphous calcium carbonate spheres stabilized by poly(acrylic acid)s. *Langmuir*, *23*(24), 12086–12095. <https://doi.org/10.1021/la701972n>
- Marteighianti, M., Mersitarini, D., Ardiyanta, D, Reo, M. A. R., Erliana, W. H., Mahendra, I., Abdillah, F., Farabi, A. F., Arief, S., Hazmi, A., Alif, M. F., Alfadhilani., Desmiarti, R., Sari, E., Naldi, N., Salsabil, I. (2022). *Otomasi Continuous Pilot plant , Market Trial , dan Simulasi Skala Demo Plant Pemanfaatan CO2 Menjadi Precipitated Calcium Carbonate Laporan Tahap III Maret 2022 Otomasi Continuous Pilot plant , Market Trial , dan Simulasi Skala Demo Plant Pemanfaatan CO2.*
- Laukalan, T., Kronlund, D., Heiskanen, I., & Backfolk, K. (2017). The effect of polyacrylic acid and reaction conditions on nanocluster formation of precipitated calcium carbonate on microcellulose. *Cellulose*, *24*(7), 2813–2826. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1296-8>
- Onn, M. S., Noh, M. G. M., Shukor, M. S. M., & Isa, M. A. (2019). Improving precipitate calcium carbonate (PCC) particle size distribution for a continuous mineral carbonation system. *Journal of Physics: Conference Series*, *1349*(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1349/1/012079>
- Pusparizkita, Y. M., Schmahl, W. W., Ambarita, M., Kholid, H. N., Sadewa, A. Y., Ismail, R., Jamari, J., & Bayuseno, A. P. (2023). Mineralizing CO2 and producing polymorphic calcium carbonates from bitumen-rock asphalt manufacturing solid residues. *Cleaner Engineering and Technology*, *12*(October 2022), 100602. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2023.100602>
- Sari, E., Desmiarti, R., Arief, S., Rosadi, Y., Naldi, N., & Hutagaol, H. A. (2022). *International Journal of Applied Science and Engineering Synthesis of precipitated calcium carbonate with the addition of aloe vera extract under different reaction temperatures. 20*(1), 1–7.
- Sarkar, A., & Mahapatra, S. (2010). Synthesis of all crystalline phases of anhydrous calcium carbonate. *Crystal Growth and Design*, *10*(5), 2129–2135. <https://doi.org/10.1021/cg9012813>
- Shirsath, S. R., Sonawane, S. H., Saini, D. R., & Pandit, A. B. (2015). Continuous precipitation of calcium carbonate using sonochemical reactor. *Ultrasonics Sonochemistry*, *24*, 132–139. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2014.12.003>
- Song, X., Zhang, L., Cao, Y., Zhu, J., & Luo, X. (2020). Effect of pH and temperatures on the fast precipitation vaterite particle size and polymorph stability without additives by steamed ammonia liquid waste. *Powder Technology*, *374*, 263–273.

- <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.07.029>
- Supelco. (2022). Material Safety Data Sheet Calcium Oxide. *Material Safety Data Sheet, Kategori 3*, 1–10.
- Tamm, K., Kallas, J., Kuusik, R., & Uibu, M. (2017). Modelling Continuous Process for Precipitated Calcium Carbonate Production from Oil Shale Ash. *Energy Procedia*, 114(November 2016), 5409–5416. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.03.1685>
- Teir, S., Auvinen, T., Said, A., Kotiranta, T., & Peltola, H. (2016). Performance of separation processes for precipitated calcium carbonate produced with an innovative method from steelmaking slag and carbon dioxide. In *Frontiers in Energy Research* (Vol. 4, Issue FEB). <https://doi.org/10.3389/fenrg.2016.00006>
- Teir, S., Kotiranta, T., Pakarinen, J., & Mattila, H. P. (2016). Case study for production of calcium carbonate from carbon dioxide in flue gases and steelmaking slag. *Journal of CO₂ Utilization*, 14, 37–46. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2016.02.004>
- Wu, J. L., Wang, C. Q., Zhuo, R. X., & Cheng, S. X. (2014). Multi-drug delivery system based on alginate/calcium carbonate hybrid nanoparticles for combination chemotherapy. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 123, 498–505. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2014.09.047>
- Yang, A., Huang, Z., Zhu, Y., Han, Y., & Tong, Z. (2021). Preparation of nano-sized calcium carbonate in solution mixing process. *Journal of Crystal Growth*, 571(29), 126247. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2021.126247>
- Zhang, Y., Qiao, L., Yan, H., Zizak, I., Zaslansky, P., Li, Y., Qi, L., & Ma, Y. (2020). Vaterite Microdisc Mesocrystals Exposing the (001) Facet Formed via Transformation from Proto-Vaterite Amorphous Calcium Carbonate. *Crystal Growth and Design*, 20(5), 3482–3492. <https://doi.org/10.1021/acs.cgd.0c00259>