

PENGARUH TEMPERATUR NUKLEASI TERHADAP GEOMETRI PRODUK MAGNESIUM KARBONAT DARI BAHAN BAKU DOLOMIT MADURA

Solihin, Tri Arini, Eni Febriana

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI

Kawasan Puspipstek Serpong Tangerang Selatan Banten

E-mail : solihin@lipi.go.id

Masuk tanggal : 06-04-2013, revisi tanggal : 02-07-2013, diterima untuk diterbitkan tanggal : 17-07-2013

Intisari

PENGARUH TEMPERATUR NUKLEASI TERHADAP GEOMETRI PRODUK MAGNESIUM KARBONAT DARI BAHAN BAKU DOLOMIT MADURA. Dolomit asal Madura telah dikarakterisasi dan diproses melalui proses kombinasi piro dan hidrometalurgi untuk menghasilkan magnesium karbonat. Komposisi perbandingan unsur dalam dolomit Madura adalah $Ca_{0,6}Mg_{0,4}CO_3$. Geometri dari produk magnesium karbonat yang ternukleasi pada temperatur 30 dan 50 °C berbentuk trigonal memanjang dengan ketebalan 1-3 mikron, sedangkan produk yang ternukleasi pada temperatur 90 °C memiliki bentuk geometri lembaran dengan tebal 70-140 nanometer. Perbedaan geometri produk dipengaruhi kompetisi antara gaya kinetik pergerakan molekul air dengan gaya kohesi magnesium dalam larutan kaya magnesium. Magnesium karbonat yang dihasilkan memiliki komposisi magnesium karbonat dengan eksek karbon dioksida dan sangat sedikit kalsium karbonat.

Kata kunci : Dolomit, Magnesium karbonat, Serbuk ultra halus, Partikel ukuran nano

Abstract

EFFECT OF TEMPERATURE ON THE GEOMETRIC PRODUCT NUCLEATION MAGNESIUM CARBONATE OF RAW MATERIALS DOLOMITE MADURA. Madura Dolomite has been characterized and processed through a combination of pyro and hydrometallurgical processes to produce magnesium carbonate. The elemental composition ratio of Madura Dolomite is $Ca_{0,6}Mg_{0,4}CO_3$. The shape of magnesium carbonate nucleated at 30 and 50 °C is elongated trigonal with thickness 1-3 microns, whereas another sample that nucleated at a 90 °C is in the form of sheet with thickness 70-140 nanometer. The Difference in geometry of products is the result of the competition between kinetic force of water molecules movement and magnesium cohesive forces in the magnesium-rich solution. The product resulted for this process is magnesium carbonate with carbon dioxide excess and small amount calcium carbonate.

Key words : Dolomite, Magnesium carbonate, Ultra fine grain, Nanosize particle

PENDAHULUAN

Magnesium karbonat merupakan senyawa berbasis magnesium yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, diantaranya adalah sebagai pupuk, bahan dasar obat dan filler dalam berbagai industri^[1-2]. Mineral dolomit murni secara teoritis mengandung 41,8% MgO dan 58,2% CaO. Rumus kimia mineral dolomit dapat ditulis meliputi $CaCO_3.MgCO_3$, $CaMg(CO_3)_2$ atau $Ca_xMg_{1-x}CO_3$, dengan nilai x lebih kecil dari satu. Magnesium

karbonat dapat dihasilkan dari bijih dolomite yang banyak tersebar di Pulau Sumatra, Jawa, Madura, Sulawesi dan Papua^[3]. Penggunaan magnesium karbonat sangat tergantung pada kadar, ukuran butir dan geometrinya. Magnesium karbonat yang digunakan sebagai pupuk memiliki kadar magnesium karbonat yang relatif rendah dan ukuran butir granular^[4], sedangkan magnesium karbonat yang digunakan sebagai filler dan obat memiliki persyaratan kadar yang sangat tinggi, ukuran butiran yang kecil dan geometri

yang sesuai dengan aplikasi di industri^[5-6]. Ukuran butir dan morfologi dari magnesium karbonat ditentukan oleh proses presipitasi, yang merupakan langkah akhir dari proses produksi magnesium karbonat dari dolomit. Tulisan ini akan membahas hasil penelitian yang mempelajari pengaruh temperatur nukleasi pada proses presipitasi terhadap ukuran butiran dan morfologi magnesium karbonat yang dihasilkan.

PROSEDUR PERCOBAAN

Dolomit sebagai bahan baku didatangkan dari Madura, Provinsi Jawa Timur. Terhadap Dolomit tersebut dilakukan proses gabungan pirometalurgi dan hidrometalurgi untuk menghasilkan ultra fine grain magnesium karbonat. Dolomit dikalsinasi dalam tungku muffle selama 10 jam sehingga menghasilkan oksida magnesium dan kalsium yang terpisah secara kimiawi. Dolomit hasil kalsinasi dihancurkan menggunakan peralatan crushing dan milling sampai lolos saringan ukuran 100 mesh yang diikuti proses slaking untuk mendapatkan senyawa hidoksida dari magnesium dan kalsium. Selanjutnya, pulp hasil slaking dikarbonatasi selama 30 menit dalam beaker glass pada temperatur 40 °C yang dilengkapi dengan pengaduk yang khusus yang memiliki saluran untuk peniupan gas. Larutan yang didapat kemudian diendapkan selama 60 menit pada berbagai temperatur. Padatan hasil pengendapan dikeringkan selama 24 jam pada temperatur 100 °C.

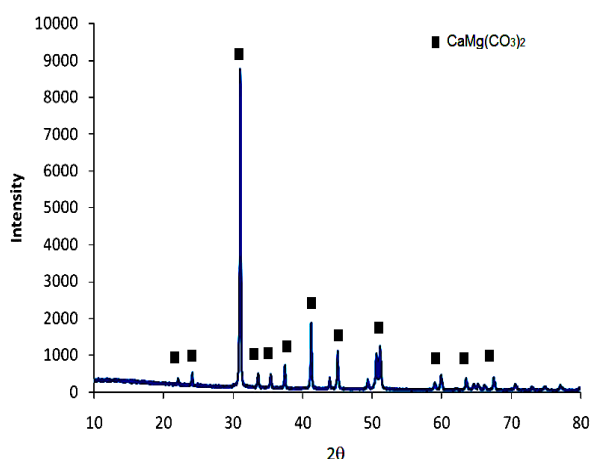
Bahan baku Dolomit dan produk magnesium karbonat dikarakterisasi melalui peralatan XRD menggunakan radiasi CuK-alpha untuk mengetahui fasa atau senyawa di dalam Dolomit tersebut; peralatakn XRF untuk mengetahui komposisi kimia; dan peralatan SEM untuk mengetahui morfologinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1 memperlihatkan komposisi unsur dolomit yang didatangkan dari Madura. Perbandingan CaO dan MgO dalam dolomit Madura masing-masing adalah 70,6 % dan 29,4 %. Jumlah MgO di dalam dolomit Madura ternyata lebih rendah dari perhitungan teoritik yang dapat mencapai 41,8 %. Hal ini menunjukkan bahwa jenis Dolomit Madura adalah jenis *Calcium Carbonate Dolomite*, karena terjadi eksese kalsium karbonat dalam bijih dolomit tersebut. Selain itu, Dolomit dari Madura mengandung unsur besi oksida yang tinggi memiliki warna kekuningan menuju merah yang merupakan warna dasar untuk hematit.

Tabel 1. Komposisi mineral dolomit Madura

Senyawa	Kadar (% Berat)
CaO	63,42
MgO	26,39
Na ₂ O	5,93
SiO ₂	1,20
Al ₂ O ₃	0,86
Fe ₂ O ₃	0,74

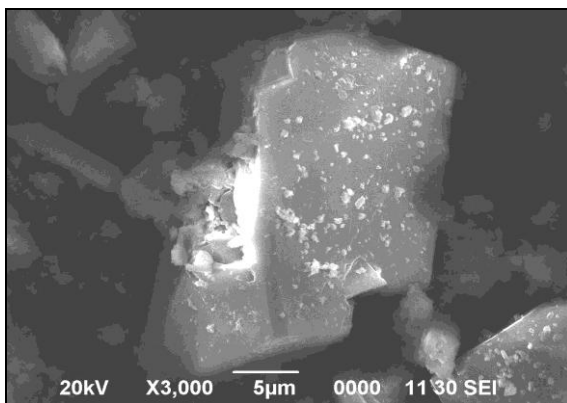


Gambar 1. Profil XRD Dolomit Lamongan dan Madura

Hasil analisa XRD yang diperlihatkan dalam Gambar 1 menunjukkan puncak-puncak intensitas yang berkorelasi dengan senyawa CaMg(CO₃)₂. Hal ini sesuai dengan data komposisi unsur seperti yang

diperlihatkan dalam Tabel 1 yang menunjukkan eksistensi senyawa kalsium magnesium karbonat dengan pengecualian adanya kelebihan senyawa kalsium karbonat. Perhitungan persen atom terhadap Tabel 1 menunjukkan bahwa sebenarnya rumus kimia dolomit Madura adalah $\text{Ca}_{0,6}\text{Mg}_{0,4}\text{CO}_3$. Sementara itu, senyawa oksida lainnya karena kadarnya sedikit maka tidak terdeteksi sensor counter radiasi XRD.

Morfologi bahan baku awal setelah proses milling ditunjukkan oleh Gambar 2. Ukuran partikel adalah sekitar 1-30 mikron. Unsur yang muncul adalah Ca, Mg, C dan O yang merupakan unsur pembentuk dolomit. Dari pengamatan SEM terlihat bahwa partikel-partikel dolomit tersebut terlihat sangat masif yang pada gilirannya pada saat proses kalsinasi akan menyebabkan produk gas karbon dioksida yang terbentuk pada bagian dalam partikel dolomit membutuhkan volume dan tekanan yang besar untuk keluar dari partikel.



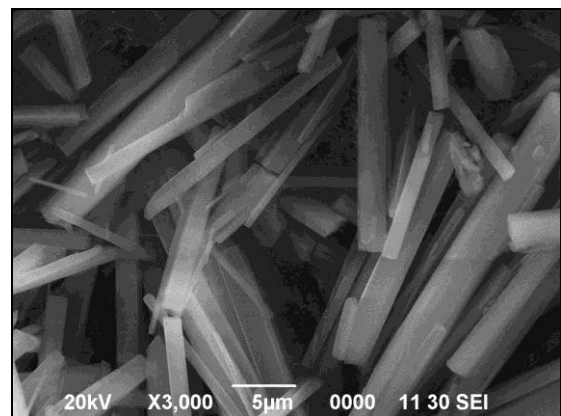
Gambar 2. Gambar SEM dolomit Madura

Hasil analisa EDX terhadap butir dolomit pada Gambar 2 diperlihatkan pada Tabel 2. Terlihat bahwa komposisi butir dolomit tersebut seharusnya $\text{CaMg}(\text{CO}_3)$. Jika diasumsikan salah satu butir dalam Gambar 2 tersebut mewakili bijih dolomit secara keseluruhan, maka bijih dolomit sebenarnya terdiri dari dua jenis butir terpisah yakni dolomit dengan komposisi $\text{Ca}_x\text{Mg}_{1-x}(\text{CO}_3)_2$ dan butir kalsium karbonat, CaCO_3 .

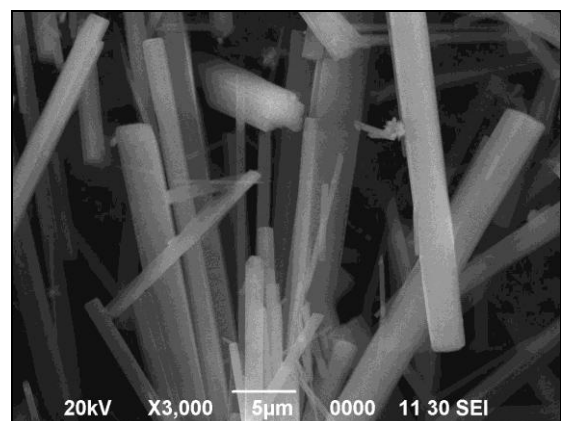
Tabel 2. Hasil EDX salah satu butir Dolomit

Unsur	% Massa	% Atom
C	15,61	1,30
O	53,66	3,35
Mg	12,47	0,51
Ca	18,26	0,46

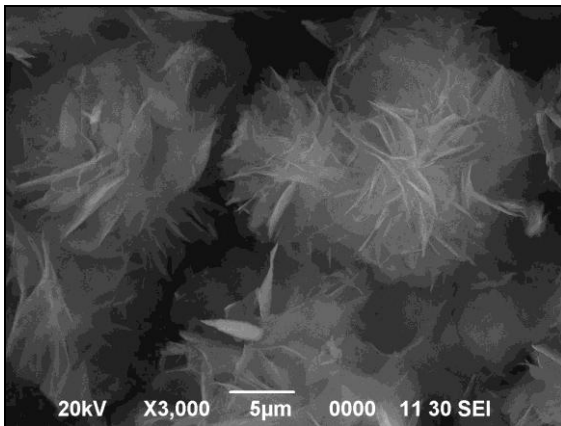
Morfologi magnesium karbonat yang dihasilkan dari bahan baku dolomit melalui proses kombinasi pirometalurgi dan hidrometalurgi diperlihatkan dalam Gambar 3. Pada temperatur nukleasi 30 dan 50 °C, magnesium karbonat yang dihasilkan memiliki geometri trigonal atau heksagonal memanjang dengan rentang ukuran 1-3 mikron. Sedangkan geometri yang dihasilkan pada temperatur 90 °C memiliki bentuk lembaran dengan rentang ketebalan 70-140 nanometer.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3. Morfologi produk magnesium karbonat pada temperatur nukleasi: (a) 30 °C, (b) 50 °C, (c) 90 °C

Perbedaan geometri ini disebabkan oleh berbedanya pola nukleasi pada berbagai temperatur tersebut. Nukleasi adalah pembentukan partikel magnesium karbonat dengan tahapan per molekul yang kemudian dilanjutkan pembentukan cluster molekul tersebut. Melihat geometri partikel yang terbentuk, pada Gambar 3, dapat disimpulkan bahwa bentuk kristal magnesium karbonat adalah trigonal atau heksagonal. Pengamatan ini sesuai dengan karakteristik kristalin magnesium karbonat pada berbagai literatur yang dilaporkan memiliki bentuk kristal trigonal atau heksagonal^[7-10].

Pada temperatur rendah, proses nukleasi per molekul dan per cluster berjalan relatif lambat dalam kondisi gerakan molekul air yang relatif lebih lambat dan stabil sehingga molekul-molekul yang terbentuk belakangan setelah cluster, yakni setelah cluster molekul yang pertama kali terbentuk yang berfungsi sebagai *seed*, akan dapat menyatu dengan *seed* melalui gaya kohesi secara teratur sampai terbentuk geometri besar berbentuk trigonal seperti yang terlihat pada Gambar 3(a) dan Gambar 3(b). Sedangkan pada temperatur nukleasi 90 °C, pergerakan molekul air lebih cepat karena mendekati temperatur penguapan. Bahkan beberapa titik dekat sumber panas mungkin sudah mencapai temperatur 100 °C yang ditandai dengan adanya penguapan minor. Pada

kondisi laju molekul air tinggi, molekul magnesium karbonat yang terbentuk belakangan setelah terbentuknya *seed* tidak dapat menempel pada *seed* karena gangguan gerakan molekul air yang berjalan cepat pada temperatur tinggi. Gaya kohesi pada cluster magnesium karbonat hanya mampu menempelkan molekul yang terbentuk belakangan secara satu arah (dua dimensi) sehingga akhirnya hanya terbentuk lembaran dengan skala ukuran nanometer seperti yang diperlihatkan dalam Gambar 3(c).

Tabel 3. Persen atom produk hasil nukleasi

Unsur	30 °C	50 °C	90 °C
C	24,4	28,3	28,7
O	63,9	62,0	56,7
Mg	11,7	9,6	14,6
Ca	0,1	0,0	0,1

Persen atom dari partikel yang terbentuk setelah nukleasi pada temperatur 30, 50 dan 90 °C diperlihatkan pada Tabel 3. Dari data persen molekul dapat disimpulkan bahwa partikel yang terbentuk setelah nukleasi adalah magnesium karbonat dengan unsur karbon atau karbon dioksida dalam partikel. Unsur kalsium walaupun sangat sedikit ternyata masih terdapat dalam produk hasil nukleasi. Hal ini menunjukkan bahwa dalam larutan awal terdapat ion-ion kalsium yang pada saat proses nukleasi magnesium karbonat ikut mengalami pengendapan.

KESIMPULAN

Dolomit asal Madura dapat digunakan sebagai bahan baku untuk membuat ultra fine grain magnesium karbonat. Dolomit asal Madura merupakan calcium carbonate Dolomit dengan perbandingan komposisi $Mg_{0,6}Ca_{0,4}CO_3$. Hasil nukleasi pada berbagai temperatur menunjukkan bahwa pada temperatur 30 dan 50 °C geometri magnesium karbonat yang dihasilkan berbentuk trigonal memanjang dengan rentang tebal 1-3 mikron, sedangkan pada

temperatur 90 °C didapatkan geometri lembaran dengan tebal 70-140 nanometer. Pergerakan molekul air pada berbagai temperatur tersebut diduga menjadi penyebab perbedaan geometri tersebut. Analisa komposisi terhadap produk nukleasi menunjukkan kandungan magnesium karbonat dengan unsur karbon dan atau karbon dioksida terlarut.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Zhao H, Dadap N, Park AA . 2010. *Tailored Synthesis Of Precipitated Magnesium Carbonates As Carbon-Neutral Filler Materials During Carbon Mineral Sequestration*, The 13th International Conference on Fluidization - New Paradigm in Fluidization Engineering 6: 109, p.1-8.
- [2] Suhayat YP. 1996. *Potensi dan Pemanfaatan Bahan Galian Industri dalam Kaitanya Dengan Pengembangan Wilayah yang Berwawasan Lingkungan* , Bandung : Direktorat Sumberdaya Mineral.
- [3] Rothon RN . 1999. *Mineral Fillers in Thermoplastics: Filler Manufacture and Characterisation*, Advances in Polymer Science, Vol.139 p. 68-107.
- [4] Hart J. 1998. *Fertilizer Guide, Fertilizer and Lime Minerals*, Oregon State University Service, p. 1-5.
- [5] Gentile E. 2003. *Clays as fillers and coatings for paper*, Modena, Italy : European Clay Minerals Group Meeting.
- [6] Vanderbilt RT. 2012. *Filler Minerals Reference A Guide to Filler Properties and Uses*, Vanderbilt Publication p.1-6.
- [7] Hao Z, Du F. 2009. *Synthesis of basic magnesium carbonate microrods with a ‘house of cards’ surface structure using rod-likeparticle template*, Journal of

Physics and Chemistry of Solids 70 (2009) 401–404.

- [8] Palache C, Berman H, Frondel C.1951. *Dana’s system of mineralogy*
- [9] Chang LLY., Howie RA, and J. Zussman J. 1996. *Rock-forming minerals*, 136–166.
- [10] Markgraf SA, and Reeder RJ. 1985. *High-temperature structure refinements of calcite and magnesite.*, Amer. Mineral. 70, 590–600.

RIWAYAT PENULIS

Solihin, alumni program studi Metalurgi jurusan Teknik Pertambangan Institut Teknologi Bandung dan program studi ecomaterial Graduate School of Environmental Studies Tohoku University. Pernah melakukan penelitian Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Miyagi, Jepang (2000-2001), ikut berkolaborasi dalam kerjasama penelitian antara JFE Mineral Company dengan Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Jepang (2004-2006). Saat ini bekerja sebagai peneliti pada Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.

