



STUDI PERHITUNGAN UKURAN BUTIRAN MAGNESIUM KARBONAT HASIL PROSES KARBONASI DENGAN METODE FREE SETTLER

Ayu Dwi Priyanti¹, Nadia Chrisayu Natasha^{2*}, Eko Sulistiyono², Fariza Eka Yunita²,
Ahmad Rizky Ramdhani², Dian Maruto Wijanarko¹

¹Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami No. 36 A, Pucangsawit, Surakarta, Indonesia 57126

²Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Indonesia 15310

*E-mail : nadia_natasha90@yahoo.com

Masuk Tanggal : 18-07-2019, revisi tanggal : 05-08-2019, diterima untuk diterbitkan tanggal 06-11-2019

Intisari

Metode penghitungan ukuran butiran dengan proses pengendapan suspensi (*free settler*) merupakan metode pengukuran yang paling praktis dan sederhana. Prinsip metode ini adalah adanya gaya gravitasi yang berlawanan dengan gaya apung akibat dari tekanan fluida cair terhadap padatan. Pada tulisan ini dibahas mengenai penggunaan metode *free settler* sebagai rujukan dalam proses penghitungan ukuran butiran magnesium karbonat. Magnesium karbonat berukuran nano pada percobaan ini dibuat dengan cara pemanasan larutan magnesium bikarbonat menggunakan gelombang ultrasonik dan pemanasan biasa menggunakan *hot plate* dan *stirrer*. Hasil optimum penghitungan ukuran butiran yang dihasilkan melalui proses pemanasan ultrasonik pada amplitudo 30% selama 35 menit menggunakan metode *Stokes* berada pada rentang 0,491 μm – 1,072 μm , sedangkan ketika dilakukan analisis menggunakan PSA Nano (*particle size analyses*) ukuran butiran berada pada rentang 0,451 μm – 2,617 μm . Hal ini menunjukkan bahwa meskipun hasil penghitungan ukuran butiran dengan kedua metode analisis tersebut memberikan hasil yang berbeda, namun masih berada pada rentang ukuran yang beririsan. Selain itu, dapat dilihat adanya kecenderungan berkurangnya ukuran ketika dilakukan penambahan gelombang ultrasonik. Dari analisis tersebut diperoleh kesimpulan bahwa metode *free settler* dapat digunakan sebagai metode awal untuk memprediksi ukuran partikel terutama bagi lembaga riset yang belum memiliki peralatan pengukur ukuran partikel (PSA).

Kata Kunci: Kecepatan endapan, PSA nano, magnesium karbonat, suspensi

Abstract

Particle size measurement with the free settler method is the most practical and straightforward method. The principle of this method is the presence of gravity that is opposite with buoyancy due to the pressure between liquid and solid. This paper explains the use of the free settler method as a reference in the magnesium carbonate particle size measurement method. In this research, nano magnesium carbonate was made by heating magnesium bicarbonate solution using ultrasonic wave and hot plate. The optimum result of nano magnesium carbonate using ultrasonic heating process with 30% amplitude for 35 minutes by stokes method is 0.491 μm – 1.072 μm , while using the PSA (particle size analysis) is 0.451 μm – 2.617 μm . It shows that although the particle size measurement with those analysis methods has different results, they still have intersecting size range. It also can be seen that the grain size will be reduced when an ultrasonic wave is added. In this work, the free settler method can be used as a preliminary method to predict the particle size of nanomaterial should a PSA (particle size analyzer) is not available.

Keywords: Free settler, PSA nano, magnesium carbonate, suspension

1. PENDAHULUAN

Pembentukan material dengan ukuran butiran sehalus mungkin merupakan salah satu bentuk pengembangan penelitian material

maju. Hal ini terjadi karena material yang memiliki tingkat kehalusan tertentu dapat memperbaiki sifat fisik material tersebut [1]. Penelitian tentang pembuatan ukuran material

yang sangat halus diperlukan instrumentasi khusus seperti PSA (*particle size analyzer*) berukuran nano, SEM-EDS (*scanning electron microscopy- energy dispersive spectrometry*), dan XRD (*x-ray diffraction*). Namun, terdapat alternatif pengukuran butiran tanpa menggunakan peralatan instrumentasi yaitu melalui pengukuran kecepatan endapan atau yang disebut dengan pengukuran *free settler*. Fungsi utama dalam analisis ukuran partikel adalah untuk mendapatkan data kuantitatif mengenai ukuran dan distribusi ukuran partikel secara akurat. Karena partikel memiliki bentuk yang berbeda – beda seperti bentuk bola, kubus, bulat, asimetris dan lain sebagainya maka dikembangkan teori diameter *equivalent*, yang dikenal dengan *stokes* diameter [2].

Metode pengukuran *free settler* telah lama digunakan untuk memprediksi ukuran partikel dengan cara memasukkan sejumlah partikel ke dalam media cair dengan konsentrasi kurang dari 15% padatan [2]. Dasar dari metode pengukuran *free settler* ialah setiap partikel yang masuk ke dalam cairan akan turun akibat dari adanya gaya gravitasi, tetapi gaya apung antara cairan dan padatan akan melawan pergerakan partikel tersebut [2]. Perlawanan antara gaya apung dengan gaya gravitasi akan mempengaruhi kecepatan turunnya partikel di dalam fluida cair. Oleh sebab itu setiap partikel akan mengalami waktu penurunan yang berbeda – beda, dimana partikel dengan ukuran butiran besar cenderung lebih cepat untuk turun jika dibandingkan dengan partikel yang berukuran kecil. Proses kecepatan penurunan partikel dalam fluida dipengaruhi oleh densitas fluida, densitas partikel, kekentalan fluida dan gaya gravitasi [2]. Pengaruh kecepatan penurunan partikel dalam fluida kemudian dirumuskan oleh *stokes*, dengan persamaan [3]:

$$V = \frac{d^2 g (\rho_s - \rho_f)}{18 \eta} \dots\dots\dots (1)$$

dimana :

- V = Kecepatan Pengendapan (m/s)
- d = Diameter Partikel (m)
- g = Percepatan Gravitasi (m/s²)
- ρ_s = Densitas partikel (kg/m³)
- ρ_f = Densitas Fluida (kg/m³)
- η = Viskositas cairan (Ns/ m²)

Untuk dapat menghitung besar ukuran partikel rata – rata, maka persamaan (1) dapat diubah menjadi:

$$d^2 = V x \left(\frac{18 \eta}{g x (\rho_s - \rho_f)} \right) \dots\dots\dots (2)$$

Jika fluida yang digunakan adalah air dan padatannya berupa magnesium karbonat maka nilai konstanta yang diperoleh berdasarkan literatur yaitu :

- η air , 20 °C = 1 x 10⁻³ Ns/m²
- ρ_{air} = 1 g/ cm³
- ρ_{hidromagnesite} = 1,840 kg/ m³
- Gravitasi bumi = 9,807 m / s²

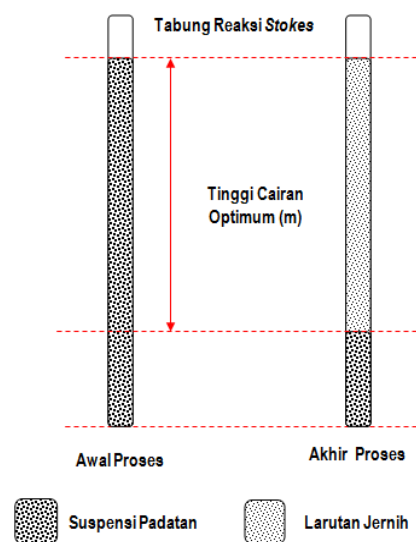
Dengan memasukkan nilai konstanta tersebut ke dalam persamaan (2) maka persamaan tersebut dapat disederhanakan menjadi:

$$d^2 = V x 2,1852 x 10^{-6} \dots\dots\dots (3)$$

dimana :

- d = diameter partikel (m)
- V = kecepatan suspensi cairan turun (m/s)

Pengukuran dengan metode *free settler* mengacu pada persamaan *stokes* di atas dengan adanya sebuah parameter berupa pengukuran perbedaan ketinggian optimum (H). Ketinggian optimum (H) terjadi karena partikel yang memiliki massa jenis tinggi akan mengendap terlebih dahulu kemudian diikuti oleh partikel dengan massa jenis rendah sehingga menghasilkan larutan jernih (*daerah supernatant*). Fenomena ini dapat diamati dalam Gambar 1.



Gambar 1. Ilustrasi pengukuran laju endap dengan metode *free settler* [2]

Pada proses pengukuran ukuran dengan metode *free settler*, media yang dapat digunakan tidak hanya berupa air, tetapi juga

dapat berupa media organik seperti etilen glicol butanol, dan iso propanol [4]. Syarat penggunaan fluida pada metode pengukuran *free settler* adalah fluida tidak bereaksi dengan padatan yang diukur, tidak terlalu kental (viskositas tinggi) dan memiliki tegangan permukaan yang rendah [5]. Hingga saat ini metode *free settler* masih digunakan sebagai metode pengukuran di dunia farmasi dan pengukuran ukuran butiran di lapangan [5]. Pengukuran ukuran partikel dengan metode *free settler* dapat juga digunakan untuk partikel yang memiliki ukuran lebih besar dari 0,1 mikron atau 100 nm dengan syarat penambahan padatan ke dalam fluida kurang dari 15% padatan [6].

Proses pembentukan butiran hidromagnesit ($MgCO_3 \cdot nH_2O$) dari larutan magnesium bikarbonat yang dipanaskan menggunakan gelombang ultrasonik dan tanpa gelombang ultrasonik dilakukan pada penelitian ini. Penggunaan gelombang ultrasonik diharapkan dapat memperkecil ukuran butiran karena adanya energi aktivasi. Proses aktivasi dihasilkan karena adanya energi plasma yang mampu memanaskan plasma hingga temperatur 5500 °C dengan tekanan sampai 2000 atm pada *hotspot* yang sangat kecil [7]. Dengan dihasilkannya ukuran *hotspot* yang sangat kecil, maka energi aktivasi dapat ditingkatkan dan pemecahan butiran menjadi lebih cepat [7]. Penambahan gelombang ultrasonik yang efektif untuk memicu pemecahan butiran baik pada skala laboratorium maupun komersial yaitu pada intensitas 50 hingga 500 watt / cm² [7].

Selanjutnya, metode *free settler* digunakan untuk mengukur partikel magnesium karbonat sebagai langkah awal penentuan ukuran butiran. Setelah diperoleh ukuran butiran yang optimum, kemudian dilakukan analisis menggunakan PSA Nano. Penelitian mengenai penghitungan ukuran partikel sebelumnya sudah pernah dilakukan oleh Rondang Tambun pada tahun 2016 [8]. Perbedaan yang dilakukan antara penelitian terdahulu dan penelitian ini adalah pada metode yang digunakan. Penelitian sebelumnya menggunakan metode BWM (*buoyancy weighing – bar method*). Oleh sebab itu tujuan dari tulisan ini adalah untuk mengetahui keakuratan metode *free settler* sebagai metode awal dalam penentuan ukuran partikel sebelum dilakukan analisis dengan instrumen. Dengan demikian, hal ini dapat membantu untuk mengetahui kecenderungan ukuran partikel secara efektif dan efisien.

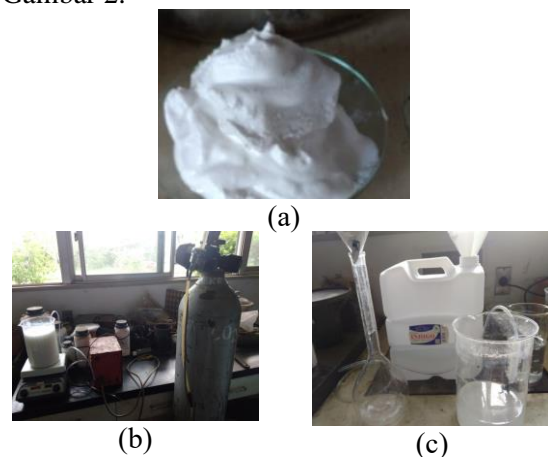
2. PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan magnesium bikarbonat yang berasal dari proses pengolahan dolomit hasil tambang P.T. Polowijo Gosari, Gresik. Dolomit merupakan mineral berbasis karbonat yang senyawa utamanya tersusun atas kalsium karbonat dan magnesium karbonat [9]. Jika dilakukan proses kalsinasi pada dolomit, maka akan menghasilkan dua senyawa yang berbeda yaitu senyawa $CaCO_3 \cdot MgO$ jika dilakukan kalsinasi parsial dan senyawa $CaO \cdot MgO$ jika dilakukan kalsinasi total [10]. Larutan magnesium bikarbonat sebagai bahan baku percobaan memiliki kadar magnesium yang sangat tinggi dan kadar kalsium yang cukup rendah. Hasil analisis ICP (*inductively coupled plasma*) yang telah dilakukan terhadap larutan magnesium bikarbonat dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis ICP larutan magnesium bikarbonat

No	Keterangan	Kadar (ppm)	
		Mg	Ca
1	Bahan-baku Proses	1446,42	45,794

Larutan magnesium bikarbonat tersebut diperoleh dari proses kalsinasi parsial dolomit atau yang disebut dengan kalsin dolomit. Selanjutnya, kalsin dolomit ditambahkan air sehingga terbentuk pulp magnesium hidroksida ($MgOH$) dan kalsium karbonat ($CaCO_3$). Pulp tersebut kemudian diencerkan dengan air dan diberikan gas karbon dioksida (CO_2) sehingga terbentuk larutan magnesium bikarbonat [10], [11]-[12]. Persiapan bahan baku larutan magnesium bikarbonat dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Persiapan bahan baku larutan magnesium bikarbonat; (a) Bubur magnesium hidroksida, (b) Proses karbonasi, (c) Larutan magnesium bikarbonat

Pada percobaan ini dilakukan proses pembuatan padatan magnesium karbonat dari larutan magnesium bikarbonat dengan proses pemanasan menggunakan *hot plate* dan gelombang ultrasonik dengan temperatur masing-masing 90 °C. Larutan magnesium bikarbonat yang digunakan memiliki konsentrasi magnesium 1446,42 ppm dengan volume 200 ml. Pada proses pemanasan menggunakan gelombang ultrasonik, frekuensi yang digunakan adalah 20 kHz dengan amplitudo bervariasi antara 20% dan 30% selama 10-40 menit.

2.1. Persiapan Bahan Baku

Bahan baku yang berupa larutan magnesium bikarbonat disiapkan dengan cara melarutkan pulp MgOH sebanyak 93,33 gram ke dalam 2 L air sehingga diperoleh suspensi 3,4% padatan. Selanjutnya suspensi tersebut dialirkan gas karbon dioksida pada temperatur ruang sehingga terjadi penurunan pH dari 10 menjadi 8. Setelah terjadi penurunan pH menjadi 8, suspensi dilakukan proses penyaringan untuk memperoleh padatan dan filtrat. Filtrat yang diperoleh adalah larutan magnesium bikarbonat yang selanjutnya digunakan sebagai bahan baku untuk proses pembuatan magnesium karbonat sedangkan padatannya yang berupa kalsium karbonat tidak digunakan.

2.2. Pembuatan Magnesium Karbonat tanpa gelombang ultrasonik

Sebanyak 200 ml larutan magnesium bikarbonat dipanaskan dan diaduk pada temperatur 90 °C menggunakan *hot plate* dan tanpa gelombang ultrasonik. Proses pemanasan dilakukan selama 10; 15; 20; 25 dan 30 menit. Selanjutnya hasil dari proses pemanasan dimasukkan ke dalam tabung uji *stokes* untuk diukur laju pengendapannya dengan cara menghitung waktu yang dibutuhkan bagi partikel untuk mengendap sempurna.

2.3. Pembuatan Magnesium Karbonat dengan Gelombang Ultrasonik

Larutan magnesium bikarbonat sebanyak 200 ml diaduk dengan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* tanpa dilakukan pemanasan. Kemudian, gelas beaker dimasukkan *probe* ultrasonik dan dinyalakan gelombang ultrasonik sehingga temperaturnya meningkat dan dijaga agar temperatur tidak melebihi 90 °C. Proses ultrasonik dilakukan selama 10; 15; 20; 25; 30; 35 dan 40 menit. Pada proses ultrasonik ini menggunakan dua jenis amplitudo yaitu 20% dan 30%. Lalu hasil dari

proses tersebut dimasukkan ke dalam tabung uji *stokes* untuk diukur laju pengendapannya.

2.4. Analisis Ukuran Partikel

Titik optimum diperoleh setelah dilakukan pengujian analisis *stokes* dengan cara membandingkan laju pengendapan dalam satu variabel. Hasil yang optimum terjadi ketika waktu yang dibutuhkan untuk pengendapan partikel lebih lama jika dibandingkan dengan yang lain. Hal tersebut disebabkan oleh semakin halus butiran maka laju pengendapan partikel akan semakin lama. Titik optimum yang diprediksi mengandung partikel paling halus dilakukan tahap pengujian berikutnya yaitu instrumentasi PSA (*particle size analyzer*) dan SEM-EDS (*scanning electron microscopy-energy dispersive spectrometry*).

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1. Pengukuran Laju Endap dengan Persamaan Stokes

Hasil pengukuran laju pengendapan dengan persamaan *stokes* menunjukkan bahwa proses ultrasonik memberikan ketinggian padatan yang berbeda dengan proses tanpa menggunakan ultrasonik. Hasil pengukuran tinggi cairan optimum (H) pada proses pengendapan dengan persamaan *stokes* dapat dilihat pada Gambar 3.

Dari Gambar 3 terlihat bahwa tanpa penggunaan gelombang ultrasonik diperoleh nilai H yang lebih kecil jika dibandingkan dengan adanya penambahan gelombang ultrasonik. Nilai H yang paling tinggi tercapai ketika amplitudo gelombang ultrasonik yang diberikan sebesar 30% yaitu 0,31 m. Dengan demikian fenomena tersebut mengindikasikan bahwa penambahan gelombang ultrasonik mampu memecah partikel dan menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil. Hal ini dapat terjadi karena gelombang ultrasonik dapat menghasilkan energi kinetik yang cepat sehingga menyebabkan terjadinya pemecahan ikatan kimia dan pertumbuhan inti molekul menjadi terhambat [13].

Disamping itu, proses yang tidak menggunakan ultrasonik memiliki nilai H optimum yang kecil yaitu 0,222 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 20 menit. Hal ini menunjukkan bahwa kolom reaktor pada proses yang tidak menggunakan gelombang ultrasonik lebih dipenuhi oleh partikel-partikel padatan jika dibandingkan dengan proses ultrasonik. Fenomena tersebut disebabkan oleh semakin besar ukuran partikel

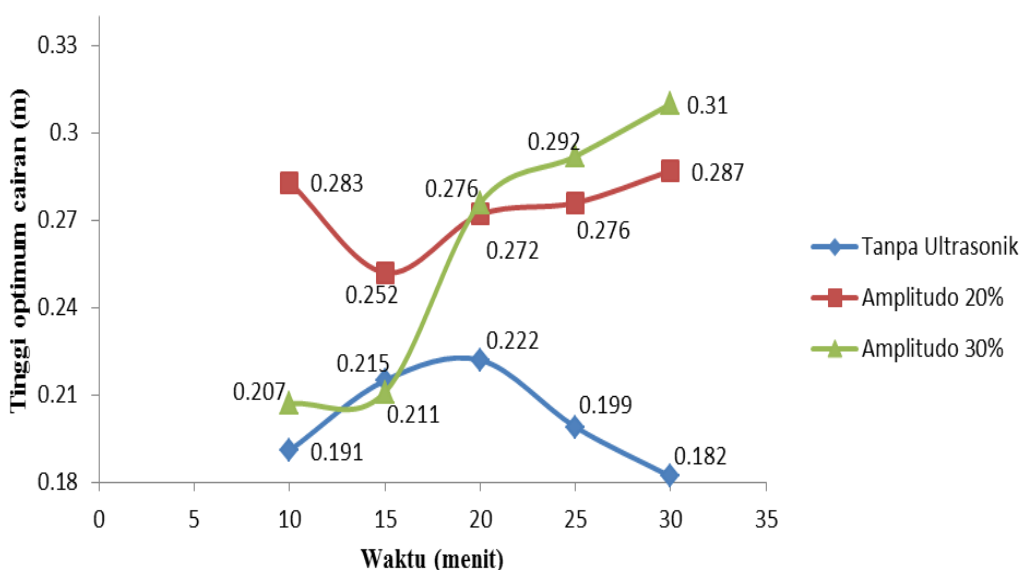
padatan maka semakin kecil ruang antar partikel yang diberikan sehingga menghasilkan ketinggian padatan dalam kolom *stokes* semakin rendah.

Pada proses penambahan amplitudo gelombang ultrasonik 20%, nilai H maksimum yang diperoleh yaitu 0,287 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 30 menit. Nilai H yang diperoleh tidak jauh berbeda ketika proses pemanasan dilakukan selama 10 menit yaitu 0,283 m. Di lain sisi, proses pemanasan ketika menggunakan gelombang ultrasonik dengan amplitudo 20% dan 30% menghasilkan nilai H yang terus menerus meningkat. Oleh sebab itu, perlu dilakukan optimasi agar diperoleh waktu dan nilai H optimum pada proses ultrasonik dengan ampiltudo 20% dan 30%. Proses optimasi dilakukan dengan cara penambahan waktu pemanasan menjadi 35 dan 40 menit. Hasil dari proses optimasi menggunakan gelombang ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 4. Pada Gambar 3 terlihat bahwa tanpa penggunaan gelombang ultrasonik diperoleh nilai H yang lebih kecil jika dibandingkan dengan adanya penambahan gelombang ultrasonik. Nilai H yang paling tinggi tercapai ketika amplitudo gelombang ultrasonik yang diberikan sebesar 30% yaitu 0,31 m. Dengan demikian fenomena tersebut mengindikasikan bahwa penambahan gelombang ultrasonik mampu memecah partikel dan menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil. Hal ini dapat terjadi karena gelombang ultrasonik dapat menghasilkan energi kinetik yang cepat sehingga menyebabkan terjadinya pemecahan

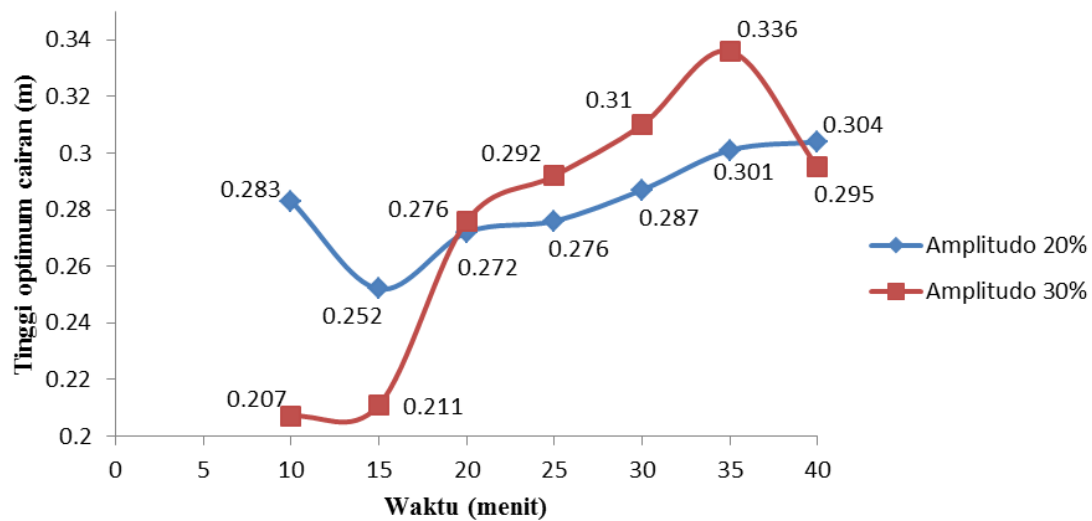
ikatan kimia dan pertumbuhan inti molekul menjadi terhambat [13].

Di samping itu, proses yang tidak menggunakan ultrasonik memiliki nilai H optimum yang kecil yaitu 0,222 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 20 menit. Hal ini menunjukkan bahwa kolom reaktor pada proses yang tidak menggunakan gelombang ultrasonik lebih dipenuhi oleh partikel-partikel padatan jika dibandingkan dengan proses ultrasonik. Fenomena tersebut disebabkan oleh semakin besar ukuran partikel padatan maka semakin kecil ruang antar partikel yang diberikan, sehingga menghasilkan ketinggian padatan dalam kolom *stokes* semakin rendah.

Pada proses penambahan amplitudo gelombang ultrasonik 20%, nilai H maksimum yang diperoleh yaitu 0,287 m ketika proses pemanasan dilakukan selama 30 menit. Nilai H yang diperoleh tidak jauh berbeda ketika proses pemanasan dilakukan selama 10 menit yaitu 0,283 m. Di lain sisi, proses pemanasan ketika menggunakan gelombang ultrasonik dengan amplitudo 20% dan 30% menghasilkan nilai H yang terus menerus meningkat. Oleh sebab itu, perlu dilakukan optimasi agar diperoleh waktu dan nilai H optimum pada proses ultrasonik dengan ampiltudo 20% dan 30%. Proses optimasi dilakukan dengan cara penambahan waktu pemanasan menjadi 35 dan 40 menit. Hasil dari proses optimasi menggunakan gelombang ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 3. Perbedaan tinggi optimum cairan (H) terhadap waktu menggunakan metode *stokes*



Gambar 4. Perbedaan tinggi optimum cairan (H) terhadap waktu menggunakan metode *stokes*

Berdasarkan Gambar 4, penambahan waktu proses pemanasan ketika menggunakan gelombang ultrasonik dapat menghasilkan nilai H yang optimum yaitu 0,336 m. Nilai H tersebut diperoleh ketika proses pemanasan menggunakan amplitudo gelombang ultrasonik 30% dilakukan selama 35 menit. Pada saat proses pemanasan dilakukan selama 40 menit nilai H mengalami penurunan menjadi 0,295 m. Jika dibandingkan dengan pemberian gelombang ultrasonik amplitudo 20%, nilai H yang diperoleh antara waktu proses 35 menit dan 40 menit tidak berbeda jauh yaitu 0,301 dan 0,304 secara berurutan.

Selanjutnya dilakukan pengukuran kecepatan pengendapan dengan cara menghitung waktu yang dibutuhkan bagi partikel untuk mengendap sempurna. Hasil perhitungan waktu pengendapan pada proses pemanasan larutan magnesium bikarbonat dengan *hot plate* dan proses ultrasonik dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Perhitungan waktu pengendapan menggunakan *hot plate* dan proses ultrasonik

No	Waktu Proses (menit)	Waktu Pengendapan (t) dalam menit		
		Tanpa Ultrasonik	Ultrasonik Amplitudo 20%	Ultrasonik Amplitudo 30%
1	10	93,12	1.362,35	2.368,29
2	15	93,92	1.780,27	2.206,15
3	20	108,71	1.598,23	2.470,16
4	25	110,00	1.443,38	2.465,44
5	30	94,91	1.424,55	2.443,03
6	35	-	1.417,58	2.498,08
7	40	-	1.391,39	2.494,76

Dari hasil perhitungan pada Tabel 3 terlihat bahwa proses pemanasan tanpa ultrasonik menghasilkan waktu pengendapan yang jauh lebih cepat jika dibandingkan dengan proses pemanasan menggunakan gelombang

ultrasonik. Hasil perhitungan tersebut menunjukkan bahwa partikel yang berasal dari proses ultrasonik mempunyai ukuran yang lebih kecil. Jika membandingkan antara pengaplikasian amplitudo 30% dan 20%, pada amplitudo ultrasonik 30% menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil dibandingkan dengan amplitudo ultrasonik 20%. Hal ini dapat dilihat dari waktu yang dibutuhkan untuk pengendapan partikel-partikel pada amplitudo 30% jauh lebih lama dari pada waktu dengan amplitudo 20%. Fenomena tersebut disebabkan oleh adanya hubungan yang linear antara nilai amplitudo dengan daya serta energi yaitu semakin tinggi daya serta energi yang diberikan maka nilai amplitudo yang dihasilkan semakin tinggi pula [14]. Tingginya daya serta energi tersebut maka akan berakibat pada pengurangan ukuran partikel [15].

Dengan memasukkan data hasil pengukuran perbedaan ketinggian (Tabel 2) dan waktu pengendapan (Tabel 3) ke dalam persamaan (3) maka dapat diperkirakan ukuran diameter partikel yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Perhitungan ukuran partikel magnesium karbonat

No	Waktu Proses (menit)	Ukuran Partikel Magnesium Karbonat (μm)		
		Tanpa Ultrasonik	Ultrasonik Amplitudo 20 %	Ultrasonik Amplitudo 30 %
1	10	17,365	1,082	1,072
2	15	18,284	1,043	0,967
3	20	15,178	0,972	0,914
4	25	15,428	0,964	0,775
5	30	17,922	0,966	0,663
6	35	-	0,915	0,491
7	40	-	0,949	0,747

Berdasarkan Tabel 4, terlihat bahwa ukuran partikel optimum yang diperoleh dari proses pemanasan larutan magnesium bikarbonat

tanpa menggunakan gelombang ultrasonik adalah ketika proses pemanasan dilakukan selama 20 menit. Dimana ukuran partikel yang diperoleh sekitar 15 mikron yaitu 15,178 nm. Sedangkan pada proses pemanasan dengan gelombang ultrasonik diperoleh ukuran partikel antara 491 hingga 1,082 nm atau berada pada rentang ukuran 0,5 – 1,1 mikron. Hasil tersebut mengindikasikan bahwa proses pemanasan dengan metode ultrasonik dapat mengurangi ukuran partikel sepertiga kali lebih kecil dari proses pemanasan tanpa menggunakan ultrasonik. Lalu ketika amplitudo ultrasonik sebesar 20% dan 30% diberikan, terlihat bahwa dengan menggunakan amplitudo ultrasonik 30% menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil jika dibandingkan dengan penggunaan amplitudo ultrasonik 20%. Dengan demikian dari hasil pengukuran dengan menggunakan persamaan (3) diperoleh tiga hasil optimum yaitu tanpa ultrasonik terjadi pada waktu pengadukan 20 menit, dengan amplitudo ultrasonik 20% dan amplitudo ultrasonik 30% terjadi pada waktu pengadukan 35 menit. Oleh sebab itu data – data tersebut yang akan dilakukan pengujian PSA.

3.2. Analisis PSA Nano

Analisis PSA Nano dilakukan pada tiga sampel yaitu proses pemanasan magnesium bikarbonat tanpa gelombang ultrasonik selama 20 menit, proses pemanasan magnesium bikarbonat dengan gelombang ultrasonik pada amplitudo 20% dan 30% selama 35 menit. Hasil analisis PSA tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil uji dengan instrumen PSA Nano

No	Perlakuan	Hasil PSA (μm)	
		Ukuran Partikel	Rata-rata Ukuran
1	Tanpa ultrasonik	6,456 – 95,688	34,829
2	Ultrasonik 20%	1,768 – 8,504	2,725
3	Ultrasonik 30%	0,451 – 2,617	0,834

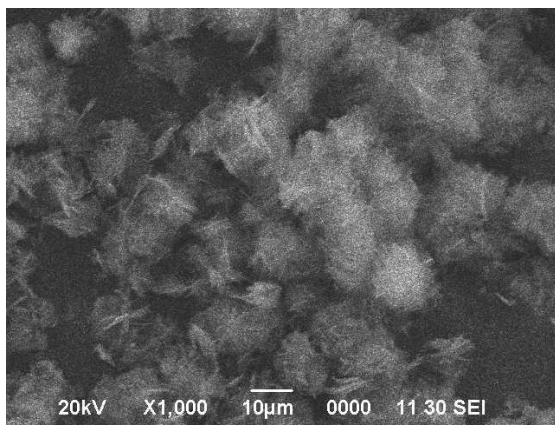
Dari Tabel 5 terlihat bahwa ukuran partikel pada proses pembentukan hidromagnesit dari larutan magnesium bikarbonat tidak berukuran nano. Ukuran partikel yang dihasilkan memiliki rentang yang cukup jauh dari material nano yang memiliki ukuran rentang 1 sampai 100 nm [16]. Oleh karena itu untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan penyempurnaan dengan cara menambah waktu proses, penggunaan amplitudo yang lebih tinggi atau menggunakan jenis media lain.

Berdasarkan hasil analisis menggunakan persamaan *stokes* diperoleh hasil yang berbeda dari analisis PSA. Namun, ukuran partikel yang dihasilkan oleh metode *stokes* masih berada di dalam rentang ukuran partikel saat menggunakan analisis PSA. Fenomena ini dapat dilihat pada Tabel 4 yakni dengan persamaan *stokes* pada proses pemanasan tanpa gelombang ultrasonik menghasilkan ukuran partikel dalam rentang 15,178 μm - 18,284 μm , sedangkan berdasarkan analisis PSA Nano ukuran partikel berada dalam rentang 6,456 μm – 95,688 μm .

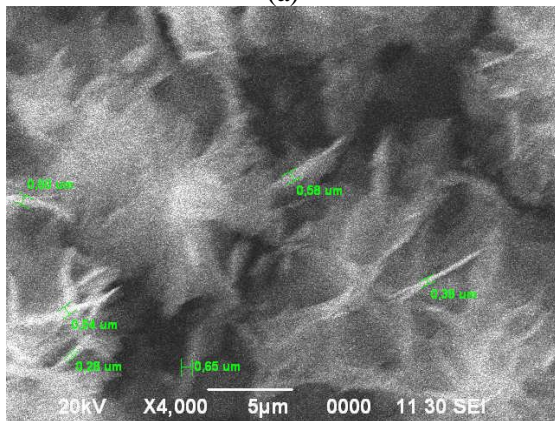
Kondisi yang sama juga terjadi pada proses penggunaan gelombang ultrasonik dengan amplitudo 30% yaitu melalui metode *stokes* ukuran partikel yang diberikan berada pada rentang 0,491 μm – 1,072 μm , sedangkan berdasarkan analisis PSA Nano ukuran partikel berada pada rentang 0,451 μm – 2,607 μm . Selain itu menurut hasil perhitungan menggunakan persamaan *stokes* dan analisis PSA menunjukkan kecenderungan yang sama yaitu proses pemecahan ukuran partikel dipengaruhi oleh penambahan gelombang ultrasonik dan amplitudo. Dimana ukuran partikel akan semakin kecil ketika menggunakan gelombang ultrasonik dan amplitudo yang tinggi [14]-[15]. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa persamaan *stokes* dapat digunakan untuk mengetahui kecenderungan ukuran partikel yang akan dihasilkan dalam sebuah proses.

3.3. Analisis SEM

Analisis SEM dari partikel yang dihasilkan melalui proses pemanasan dan proses penambahan ultrasonik dapat dilihat pada Gambar 3. Menurut Gambar 3 terlihat bahwa magnesium karbonat terbentuk dari hasil proses pengolahan larutan magnesium bikarbonat dengan penambahan gelombang ultrasonik. Hal ini dapat dilihat pada penampakan morfologi padatan yang terbentuk berupa lembaran tipis yang mengalami aglomerasi dan membentuk butiran (Gambar 3(a)). Bentuk morfologi yang serupa juga terjadi pada penelitian N. T. Dung di tahun 2018 [17] yaitu terbentuknya senyawa magnesium karbonat berupa lembaran tipis yang mengalami aglomerasi dan membentuk butiran. Berdasarkan Gambar 3(b), terlihat bahwa ukuran butiran yang dihasilkan berukuran mikron. Hal ini ditunjukkan oleh ketebalan lembarannya yang berkisar 0,28 μm sampai 0,80 μm .

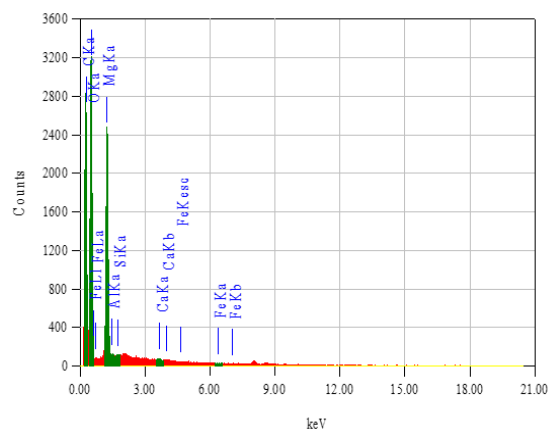


(a)



(b)

Gambar 3. Hasil SEM partikel magnesium karbonat pada amplitudo 30% dan waktu 35 menit dengan perbesaran skala bar 5 mikron dan 10 mikron : (a) skala bar 10 µm, (b) skala bar 5 µm



Gambar 4. Hasil EDS partikel magnesium karbonat pada amplitudo 30% dan waktu 35 menit

Dari hasil analisis *free settler* dan analisis PSA terlihat ukuran butiran cenderung lebih besar daripada analisis SEM. Hal ini mengindikasikan partikel – partikel mengalami *aglomerasi* atau pengelompokan lembaran senyawa magnesium karbonat menjadi butiran dengan ukuran yang lebih besar. Padatan tersebut kemudian dilakukan analisis EDS untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalamnya. Analisis EDS menunjukkan

bahwa sampel padatan didominasi oleh unsur karbon, oksigen dan magnesium. Fenomena ini ditunjukkan oleh *peak – peak* Mg, C dan O jauh lebih tinggi jika dibandingkan dengan peak unsur – unsur lain seperti Al, Si, Ca dan Fe. Dengan demikian dapat disimpulkan senyawa yang teramati adalah magnesium karbonat. Hasil analisis EDS (*energy dispersive spectrometry*) dapat dilihat pada Gambar 4.

Menurut Tabel 5, terlihat bahwa butiran yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang cukup tinggi. Hal ini terlihat dari rendahnya unsur pengotor yang terdapat dalam senyawa tersebut seperti aluminium, kalsium dan silika yang kurang dari 1%.

Tabel 5. Hasil analisis semi kuantitatif dengan metode EDS

No	Nama Unsur	Kadar (% berat)
1	Karbon (C)	42,66
2	Oksigen (O)	46,89
3	Magnesium (Mg)	10,13
4	Aluminium (Al)	0,30
5	Silikon (Si)	0,02
6	Kalsium (Ca)	0,03
7	Besi (Fe)	0,00

4. KESIMPULAN

Analisis *free settler* menggunakan Persamaan *stokes* masih layak digunakan sebagai analisis awal ukuran butiran. Meskipun hasil analisis *free settler* berbeda dengan analisis PSA Nano, namun hasil analisis *free settler* dan analisis PSA Nano menunjukkan kecenderungan yang sama, yaitu ukuran partikel akan dipengaruhi oleh gelombang ultrasonik dan amplitudo. Hasil pengukuran ukuran partikel optimum terjadi pada proses pemanasan ultrasonik amplitudo 30% dan waktu 35 menit yakni pada rentang 0,491 µm sampai 1,072 µm ketika menggunakan metode *stokes* dan pada rentang 0,451-2,617 µm ketika diukur menggunakan PSA Nano.

Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa padatan yang terbentuk berupa senyawa magnesium karbonat. Hal ini dapat dilihat dari bentuk material berupa lembaran tipis yang mengalami aglomerasi menjadi butiran dengan ukuran lebih besar. Selain itu, menurut analisis SEM butiran magnesium karbonat memiliki tingkat kemurnian yang tinggi yaitu ditunjukkan oleh pengotor Al, Si, Ca dan Fe yang sangat rendah.

Dari analisis tersebut dapat diambil kesimpulan bahwa metode *free settler* dapat digunakan sebagai metode awal penghitungan

ukuran butiran material walaupun pada penelitian ini masih belum dihasilkan partikel berukuran nano sehingga masih perlu dilakukan penelitian lebih lanjut.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI yang telah mendanai kegiatan ini melalui Kegiatan Kompetensi Inti Tahun Anggaran 2019.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Pokhrel, N. Pala, dan P. K. Vabbina, "Sonochemistry: Science and Engineering," *Ultrasonics Sonochemistry* vol. 29, pp. 104-128, 2016. Doi: 10.1016/j.ultsonch.2015.07.023.
- [2] B. A. Wills dan T. N. Munn, "*Mineral Processing Technology : An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral*," 7th edn., Elsevier Science and technology Books, pp. 90-107, 2006.
- [3] Stokes, G. G. 1891. *Mathematical and Physical Papers*. 3rd edn. Cambridge: Cambridge University Press.
- [4] E. Sulistiyono, M. Azwar, F. Firdiyono, "Pengaruh media suspensi terhadap proses ultrasonik milling pada partikel hydromagnesite," *Majalah Metalurgi*, vol. 27, no. 2, pp. 135-140, 2012.
- [5] T. Allen, "*Powder sampling and particle size determination*," 1st edn, Pharmaceutical Technology, Wilmington: Elsevier B.V, pp. 56-88, 2003.
- [6] M. Altiner, dan M. Yildirim, "Preparation of periclase (MgO) nanoparticles from dolomite by pyrohydrolysis-calcination processes", *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, vol. 12, no. 6, pp. 842-857, 2017. Doi: 10.1002/apj.2123.
- [7] J. M. Crocker, "*Encyclopedia of acoustic, Chapter 25: Cavitation, Chapter 26: Sonochemistry and sonoluminescence*," John Wiley and Sons, Inc., vol. 1, pp. 25:1-26:12, 1997.
- [8] R. Tambun, N. Pratama, Ely, dan F. Hanum, "Measurement of cement's particle size distribution by the buoyancy weighing-bar method," *Internat. J. Sci. Eng.*, vol. 10, no. 2, pp. 74-77, 2016. Doi: 10.12777/ijse.10.2.74-77.
- [9] E. Febriana, "Kalsinasi Dolomit Lamongan untuk Pembuatan Bahan Baku Kalsium dan Magnesium karbonat Presipitat," Skripsi Program Ekstensi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, 2011.
- [10] E. Sulistiyono, F. Firdiyono, D. Sufiandi dan N. Chrisayu, "Pengamatan pelepasan unsur karbon pada proses kalsinasi dolomit gresik dengan SEM-EDX," *Prosiding Seminar Nasional Metalurgi dan Material*, pp. 67-72, 2015.
- [11] Andliswarman, "Proses ekstraksi MgO dari mineral dolomit dan analisis techno economic proses produksi," Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia, 2003.
- [12] E. Yustanti, "Ekstraksi calcite dan hydromagnesite dalam dolomit secara hidrasi dan karbonisasi", Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia, 2004.
- [13] A. Gedanken, "Using sonochemistry for the fabrication of nanomaterials," *Ultrasonic Sonochemistry*, vol. 11, pp 47-55, 2004. Doi: 10.1016/j.ultsonch.2004.01.037.
- [14] T. A. Mamvura, S. E. Iyuke, dan A. E. Paterson, "Energy changes during use of high-power ultrasound on food grade surfaces," *South African Journal of Chemical Engineering*, vol. 25, pp 62-73, 2018. Doi:10.1016/j.sajce.2017.12.001.
- [15] N. Pokhrel, P. K. Vabbina, dan N. Pala, "Sonochemistry: Science and engineering," *Ultrasonic Sonochemistry*, vol. 29, pp. 104-128, 2016. Doi:10.1016/j.ultsonch.2015.07.023.
- [16] I. M. Chung, I. Park, K. H. Seung, M. Thiruvengadam dan G. Rajakumar, "Plant mediated synthesis of silver nanoparticles: Their characteristic properties and therapeutic applications," *Nanoscale Research Letter*, vol. 11, no. 1, edisi 40, pp. 2-14, 2016. Doi: 10.1186/s11671-016-1257-4.
- [17] N. T. Dung, dan C. Unluer, "Improving the carbonation of reactive MgO cement concrete via the use of NaHCO₃ and NaCl," *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 30, no. 12, pp. 1-8, 2018. Doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-533.0002509.

