

**STUDI PRESIPITASI DAN MORFOLOGI PARTIKEL
CaCO₃ DALAM MEDAN MAGNET DENGAN SISTEM
FLUIDA STATIS**

SKRIPSI

Oleh

M HUSNI MUBAROK

04 05 26 016 3



**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
GANJIL 2007/2008**

**STUDI PRESIPITASI DAN MORFOLOGI PARTIKEL
CaCO₃ DALAM MEDAN MAGNET DENGAN SISTEM
FLUIDA STATIS**

SKRIPSI

Oleh

M HUSNI MUBAROK

04 05 26 016 3



**SKRIPSI INI DIAJUKAN UNTUK MELENGKAPI SEBAGIAN
PERSYARATAN MENJADI SARJANA TEKNIK**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
GANJIL 2007/2008**

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul:

STUDI PRESIPITASI DAN MORFOLOGI PARTIKEL CaCO_3 DALAM MEDAN MAGNET DENGAN SISTEM FLUIDA STATIS

yang dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik pada program studi Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia, sejauh yang saya ketahui bukan merupakan tiruan atau duplikasi dari skripsi yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar kesarjanaan di lingkungan Universitas Indonesia maupun di Perguruan Tinggi atau Instansi manapun, kecuali bagian yang sumber informasinya dicantumkan sebagaimana mestinya.

Depok, 30 Oktober 2007

(M Husni Mubarak)

NPM. 04 05 26 016 3

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi dengan judul :

**STUDI PRESIPITASI DAN MORFOLOGI PARTIKEL CaCO_3
DALAM MEDAN MAGNET DENGAN SISTEM FLUIDA STATIS**

Oleh :

M HUSNI MUBAROK

0405260163

Dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Skripsi ini telah diujikan pada sidang ujian skripsi tanggal 30 Oktober 2007 dan dinyatakan memenuhi syarat/sah sebagai skripsi pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Depok, 30 Oktober 2007

Mengetahui,

Dosen Pembimbing,

Ir. Nelson Saksono, MT

NIP. 132 092 428

UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah, puji syukur terpanjatkan kepada Allah SWT, Rabb semesta alam yang telah memberikan berbagai kenikmatan kepada umat manusia, termasuk penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini dengan sebaik-baiknya. Shalawat dan salam semoga tercurahkan kepada Rasulullah SAW, keluarga, sahabat dan para pengikutnya hingga akhir zaman.

Skripsi dengan judul '**Studi Presipitasi Dan Morfologi Partikel CaCO_3 Dalam Medan Magnet Dengan Sistem Fluida Statis**' ini dibuat sebagai syarat yang harus dipenuhi dalam menyelesaikan mata kuliah Skripsi di Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik Kimia Universitas Indonesia.

Selama proses penyusunan Skripsi ini, penulis telah banyak mendapatkan masukan maupun bantuan dari berbagai pihak. Untuk itu, pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Ir. Nelson Saksono, MT atas bimbingan dan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
2. Bapak Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA selaku ketua Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
3. Bapak Ir. Setiadi, M.Eng selaku koordinator mata kuliah skripsi.
4. Keluargaku yang sangat penulis kasihi, ibu, bapak, kakak, dan keponakanku yang lucu-lucu serta vilka yang selalu memberikan dukungan materi dan moril, berupa kasih sayang, semangat, perhatian maupun doa.
5. Seluruh pengajar dan civitas Teknik Kimia FTUI yang telah memberikan bekal ilmu kepada penulis.
6. Semua pihak lain yang belum disebutkan, baik secara langsung maupun tidak langsung yang telah banyak membantu penulis.

Depok, 30 Oktober 2007

(M Husni Mubarak)

NPM. 04 05 26 016 3

ABSTRAK

M Husni Mubarak

NPM 0405260163

Departemen Teknik Kimia

Dosen pembimbing

Ir. Nelson Saksono, MT

STUDI PRESIPITASI DAN MORFOLOGI PARTIKEL CaCO_3 DALAM MEDAN MAGNET DENGAN SISTEM FLUIDA STATIS

ABSTRAK

Metode alternatif yang dapat digunakan untuk mengontrol terbentuknya *scale* adalah *Anti Scale Magnetic Treatment* (AMT). Kritik yang biasa dilontarkan tentang metode ini adalah mengenai hasil dari alat AMT yang pada saat penerapannya banyak yang tidak efektif. Oleh karena itu dibutuhkan penelitian lebih lanjut tentang metode magnetisasi ini sebagai metode alternatif yang menjanjikan.

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan gambaran presipitasi CaCO_3 pada larutan dan deposit serta memperoleh kejelasan spesies ion yang berpengaruh terhadap medan magnet. Metode yang digunakan adalah metode ion dengan sistem fluida statis. Beberapa variasi kondisi operasi yang meliputi lama magnetisasi, nilai pH, dan variasi larutan karbonat diuji untuk lebih memperjelas pengaruhnya terhadap proses magnetisasi. Pengukuran kandungan CaCO_3 pada larutan dan deposit dilakukan dengan metode titrasi kompleksometri EDTA. Uji foto SEM juga dilakukan untuk melihat morfologi dan populasi deposit kristal CaCO_3 yang terbentuk.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa laju presipitasi CaCO_3 terjadi cepat pada masa nukleasi. Semakin lama magnetisasi terjadi, maka penekanan presipitasi CaCO_3 juga akan semakin tinggi. Medan magnet hanya menekan presipitasi tapi tidak menggeser kesetimbangan reaksinya. Medan magnet mempengaruhi ion CO_3^{2-} (karbonat) dan HCO_3^- (bikarbonat) untuk menekan presipitasi CaCO_3 . Dari hasil uji SEM, kristal CaCO_3 yang terbentuk didominasi oleh jenis kalsit dan magnetisasi dapat menekan jumlah kristal CaCO_3 serta memperbesar ukuran kristalnya.

Kata Kunci : Metode Ion, Fluida Statis, Lama Magnetisasi, pH, Larutan Karbonat, Titrasi Kompleksometri EDTA, SEM.

DAFTAR ISI

	Halaman
JUDUL	ii
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
UCAPAN TERIMA KASIH	v
ABSTRAK	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 LATAR BELAKANG MASALAH	1
I.2 RUMUSAN MASALAH	3
I.3 TUJUAN PENELITIAN	3
I.4 BATASAN MASALAH	3
I.5 SISTEMATIKA PENULISAN	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
II.1 MEKANISME PEMBENTUKAN PARTIKEL CaCO_3 TANPA MEDAN MAGNET	5
II.1.1 Reaksi Kesetimbangan Presipitasi CaCO_3	5
II.1.1.1 Model Presipitasi Lambat	5
II.1.1.2 Model Presipitasi Cepat (Spontan)	6
II.1.2 Mekanisme Presipitasi dan Terbentuknya Kristal CaCO_3 di Larutan	7
II.1.3 Mekanisme Terbentuknya Kristal CaCO_3 di Deposit	8
II.2 MEKANISME PEMBENTUKAN PARTIKEL CaCO_3 DALAM MEDAN MAGNET	9
II.2.1 Tinjauan Hasil Penelitian MWT Untuk Pencegahan Scale	10
II.2.2 Magnetisasi Statis	10

II.2.3 Mekanisme Ion Pada Presipitasi CaCO_3	11
II.3 PEMBENTUKAN KRISTAL CaCO_3	13
II.4 PARAMETER pH	14
II.5 METODE TITRASI KOMPLEKSOMETRI EDTA	16
BAB III METODE PENELITIAN	20
III.1 METODE PENELITIAN	20
III.2 PREPARASI ALAT DAN BAHAN	22
III.3 PERALATAN MAGNETISASI STATIS	22
III.4 PROSEDUR PENELITIAN	23
III.4.1 Pembuatan Larutan Natrium Karbonat (Na_2CO_3) 0,01 M	23
III.4.2 Pembuatan Larutan Natrium Bikarbonat (NaHCO_3) 0,01 M	23
III.4.3 Pembuatan Larutan Kalsium Klorida (CaCl_2) 0,01 M	23
III.4.4 Pembuatan Larutan EDTA 0,01 M	24
III.4.5 Pembuatan Larutan Standar CaCO_3 0,01 M	24
III.4.6 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M	24
III.4.7 Pembuatan Larutan Buffer pH 10	24
III.4.8 Pembuatan Larutan Indikator Erio Black-T (EBT) 0,5 %	25
III.5 PROSEDUR PENGUJIAN DENGAN VARIASI pH, WAKTU MAGNETISASI, KONSENTRASI Na_2CO_3 DAN SUHU	25
III.5.1 Variasi pH Larutan	25
III.5.2 Variasi Waktu Magnetisasi	26
III.5.3 Model Larutan NaHCO_3	26
III.6 PROSEDUR ANALISIS	27
III.6.1 Analisis Presipitasi CaCO_3 Dengan Titrasi Kompleksometri EDTA	27
III.6.1.1 Standarisasi Larutan EDTA	27
III.6.1.2 Analisis Sampel Larutan	28
III.6.2 Pengukuran pH larutan	28

III.6.3 Uji Foto Mikroskopik Dengan SEM	28
III.6.3.1 Preparasi Contoh Untuk Uji SEM	28
III.6.3.2 Uji SEM	29
III.7 PENGOLAHAN DATA	31
III.7.1 Standarisasi EDTA 0,01 M	31
III.7.2 Perhitungan Konsentrasi CaCO ₃ Yang Terbentuk Dalam ppm	31
III.7.3 Perhitungan Jumlah Kristal CaCO ₃ dari Foto SEM	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
IV.1 VARIASI LAMA MAGNETISASI TERHADAP PRESIPITASI CaCO ₃	33
IV.1.1 Presipitasi CaCO ₃ Total	33
IV.1.2 Presipitasi CaCO ₃ di Deposit	36
IV.2 VARIASI pH UNTUK MELIHAT SPESIES ION KARBONAT YANG TERPENGARUHI OLEH MEDAN MAGNET	38
IV.3 MODEL LARUTAN NaHCO ₃	44
IV.4 MORFOLOGI DAN POPULASI PARTIKEL CaCO ₃ DARI HASIL SEM UNTUK SAMPEL MAGNETISASI DAN NON- MAGNETISASI	47
IV.4.1 Analisa Morfologi dan Ukuran Partikel CaCO ₃	48
IV.4.2 Populasi dan Jumlah Partikel CaCO ₃ Berdasarkan Hasil SEM	50
BAB V KESIMPULAN	55
DAFTAR ACUAN	56
LAMPIRAN	58

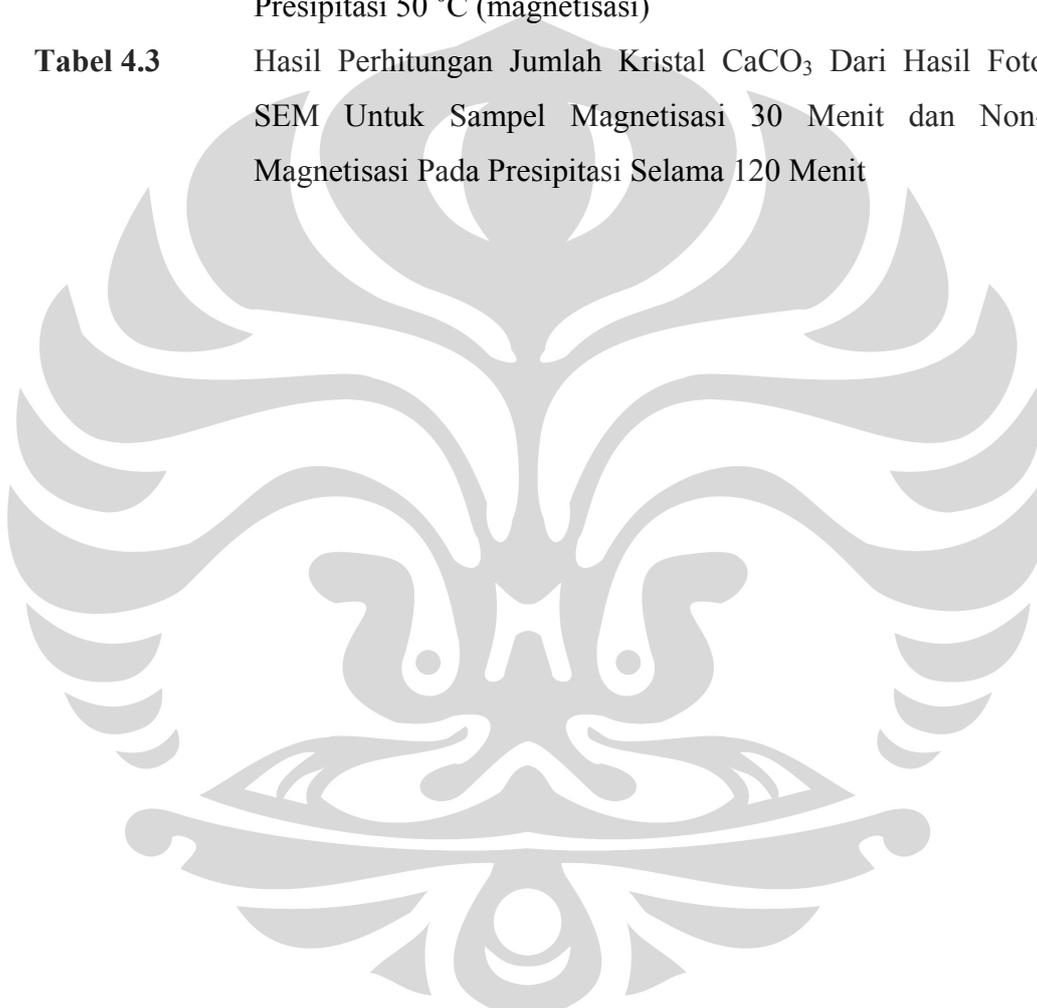
DAFTAR GAMBAR

	Halaman	
Gambar 2.1	Kurva Persen komposisi Kristal (----ACC), (— Vaterit), (—kalsit) Dalam Larutan sebagai fungsi Waktu pada suhu 25 °C , $\omega = 300$ rpm	8
Gambar 2.2	Gambar SEM Pada Permukaan Logam Emas Untuk Presipitasi Selama (a) 1 menit, (b) 3 menit, (c) 8 menit dan (d) 1,5 jam Pada Suhu 25 °C, $\omega = 300$ rpm.	9
Gambar 2.3	Absorbansi campuran larutan Na ₂ CO ₃ dan CaCl ₂ (a) sampel Na ₂ CO ₃ non-magnetisasi, (b) sampel Na ₂ CO ₃ termagnetisasi	12
Gambar 2.4	Pengaruh paparan medan magnet terhadap Adsorbed layer	12
Gambar 2.5	Perubahan pH fungsi waktu pada proses presipitasi CaCO ₃ (larutan Na ₂ CO ₃ dan CaCl ₂) untuk larutan dimagnetisasi (MF) dan tidak dimagnetisasi (no MF) pada suhu 20 °C	15
Gambar 2.6	Efek perubahan pH terhadap fraksi ion karbonat dan bikarbonat di dalam larutan	15
Gambar 2.7	Struktur molekul EDTA	16
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian	21
Gambar 3.2	Skema Alat Magnetisasi	22
Gambar 3.3	pH-meter digital	28
Gambar 3.4	Alat Magnetisasi Larutan Na ₂ CO ₃ Untuk Uji SEM	29
Gambar 3.5	<i>Vacuum Rubber Seal</i>	30
Gambar 3.6	Seperangkat Alat SEM	30
Gambar 4.1	Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO ₃ Dengan Variasi Waktu Magnetisasi 0 Sampai 1440 Menit	34
Gambar 4.2	Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO ₃ Dengan Variasi Waktu Magnetisasi 0 Sampai 360 Menit	34
Gambar 4.3	Grafik Persentase Presipitasi CaCO ₃ di Deposit Dengan Variasi Waktu Magnetisasi 0 Sampai 1440 Menit	37

Gambar 4.4	Grafik Persentase Presipitasi CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi Waktu Magnetisasi 0 Sampai 360 Menit	37
Gambar 4.5	Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi pH. (a) pH larutan Na_2CO_3 8,8; (b) pH larutan Na_2CO_3 10,8; dan (c) pH larutan Na_2CO_3 12,1	40
Gambar 4.6	Grafik Persentase Presipitasi Deposit CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi pH. (a) pH larutan Na_2CO_3 8,8; (b) pH larutan Na_2CO_3 10,8; dan (c) pH larutan Na_2CO_3 12,1	42
Gambar 4.7	Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi Suhu Presipitasi. (a) Suhu 27°C (b) Suhu 50°C	45
Gambar 4.8	Grafik Persentase Presipitasi Deposit CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi Suhu Presipitasi. (a) Suhu 27°C (b) Suhu 50°C	46
Gambar 4.9	Hasil SEM Partikel CaCO_3 (a). Sampel Magnetisasi Perbesaran 8000 kali (b). Sampel Non-magnetisasi Perbesaran 12000 kali	48
Gambar 4.10	Hasil SEM Partikel CaCO_3 (a). Sampel Magnetisasi Perbesaran 3000 kali (b). Sampel Non-magnetisasi Perbesaran 12000 kali	49
Gambar 4.11	Hasil 10 Titik Foto SEM Partikel CaCO_3 Pada Sampel Magnetisasi Dengan Perbesaran 3000 kali	51
Gambar 4.12	Hasil 10 Titik Foto SEM Partikel CaCO_3 Pada Sampel Non-magnetisasi Dengan Perbesaran 3000 kali	52

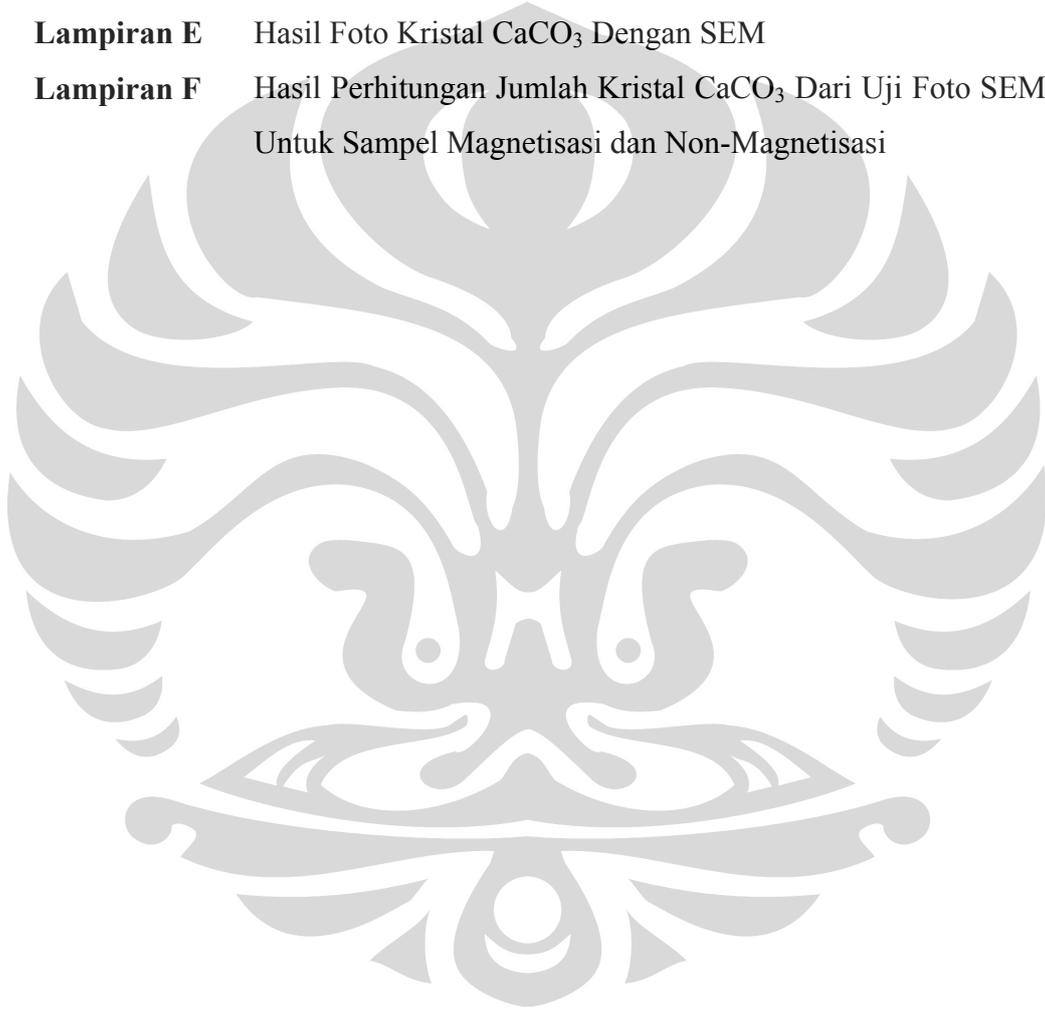
DAFTAR TABEL

		Halaman
Tabel 2.1	Data Termodinamik Reaksi Pembentukan CaCO_3	7
Tabel 2.2	Data $-\Delta G_{\text{hydration}}$ Untuk Ion Ca^{2+} , Cl^- , Na^+ , CO_3^{2-} dan HCO_3^-	16
Tabel 4.1	Fraksi ion CO_3^{2-} dan HCO_3^- Berdasarkan Nilai pH Larutan	39
Tabel 4.2	Presipitasi Total, Deposit, dan Larutan Dengan Suhu Presipitasi 50°C (magnetisasi)	47
Tabel 4.3	Hasil Perhitungan Jumlah Kristal CaCO_3 Dari Hasil Foto SEM Untuk Sampel Magnetisasi 30 Menit dan Non-Magnetisasi Pada Presipitasi Selama 120 Menit	53



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A Contoh Perhitungan	59
Lampiran B Data Hasil Titrasi Vaariasi Lama Magnetisasi	62
Lampiran C Data Hasil Titrasi Variasi pH	68
Lampiran D Data Hasil Titrasi Variasi Suhu Larutan	74
Lampiran E Hasil Foto Kristal CaCO_3 Dengan SEM	78
Lampiran F Hasil Perhitungan Jumlah Kristal CaCO_3 Dari Uji Foto SEM Untuk Sampel Magnetisasi dan Non-Magnetisasi	94





BAB I

PENDAHULUAN

I.1 LATAR BELAKANG MASALAH

Air banyak digunakan untuk proses-proses industri kimia dan rumah tangga. Pembentukan deposit kerak CaCO_3 oleh air sadah pada sistem perpipaan di industri maupun rumah tangga menimbulkan banyak permasalahan teknis dan ekonomis. Hal ini disebabkan kerak (*scale*) dapat menyumbat air yang mengalir dalam pipa dan sekaligus menghambat proses perpindahan panas pada peralatan penukar panas. Selain itu air sadah juga akan menyebabkan berkurangnya efektifitas proses pencucian menggunakan sabun atau deterjen.

Saat ini pengolahan air sadah dan pencegahan pembentukan kerak umumnya dilakukan secara kimiawi yaitu dengan resin penukar ion dan penambahan inhibitor kerak. Metode secara kimiawi ini dapat mengubah sifat kimia larutan sehingga tidak cukup aman untuk penggunaan pada rumah tangga maupun industri makanan. Selain itu investasinya yang cukup besar menyebabkan proses-proses kimiawi tersebut hanya cocok untuk industri yang memerlukan air olahan dalam jumlah besar.

Saat ini telah ada metode alternatif yang lebih menjanjikan dari segi keamanan terhadap lingkungan serta biaya pemasangan dan perawatan yang murah. Metode itu adalah *Anti scale magnetic treatment* (AMT), metode ini mempunyai sejarah panjang dan kontroversial. Publikasi ilmiah dibidang AMT ini hingga saat ini masih terus dilaporkan [1]. Hal ini disebabkan masih banyak aspek-aspek teori maupun aplikasi yang belum terjawab dengan memuaskan. Pengaruh medan magnet terhadap pembentukan CaCO_3 hingga efektifitas proses AMT masih menjadi perdebatan yang hangat oleh para peneliti, dimana hasil-hasil yang dilaporkan masih bersifat kontradiktif [2].

Efektivitas AMT akan dapat diketahui dengan memahami terlebih dahulu pengaruh medan magnet terhadap proses presipitasi CaCO_3 . Salah satu efek



penting yang diusulkan oleh beberapa peneliti yaitu *mekanisme ion*, mekanisme ion di amati dengan metode ion, yaitu magnetisasi dilakukan terhadap larutan Na_2CO_3 sebelum di campur dengan CaCl_2 untuk proses presipitasi. Dalam air sadah terdapat ion-ion dan partikel hasil presipitasi ion-ion. Keberadaan ion-ion seperti Ca^{2+} dan CO_3^{2-} dalam air sadah menyebabkan ion-ion tersebut akan terhidrasi oleh molekul air membentuk ion hidrat. Semakin tinggi energi hidrasinya (ΔG Hydration) maka semakin kuat molekul air terikat di sekeliling ion tersebut. Proses pembentukan kerak (presipitasi CaCO_3) akan sangat ditentukan oleh kestabilan ion Ca^{2+} dan CO_3^{2-} dalam larutan air sadah. Magnetisasi akan memperkuat energi hidrasi ion terutama untuk ion dengan energi hidrasi yang rendah (ion meta-stabil) seperti CO_3^{2-} . Magnetisasi ion CO_3^{2-} dalam larutan dapat menstabilkan atau mencegah ion tersebut dari proses presipitasi dengan ion Ca^{2+} untuk membentuk kerak [3, 4]. Efek ion ini juga memiliki sifat memori, dimana ion CO_3^{2-} yg sudah termagnetisasi akan tetap memiliki sifat kestabilan yang tinggi meskipun sudah tidak dikenai medan magnet lagi. Perlakuan yang sama dengan larutan Na_2CO_3 juga dilakukan pada larutan NaHCO_3 , di mana larutan NaHCO_3 dimagnetisasi sebelum di campur dengan CaCl_2 . Mekanisme ion di atas dilakukan pada sistem *fluida statis*, artinya magnetisasi dilakukan pada fluida yang diam. Penurunan jumlah kerak yang terbentuk merupakan parameter efektivitas dalam efek ion ini. Oleh karena itu pemahaman yang lebih baik mengenai mekanisme ion ini perlu dilakukan guna mendapatkan kondisi operasi yang optimal.

Jenis kristal kerak CaCO_3 yang terbentuk juga merupakan bagian penting dari efektivitas proses AMT. Beberapa hasil penelitian menunjukkan adanya peningkatan jumlah kristal Aragonit di fasa larutan pada air sadah yang termagnetisasi. Kristal Aragonit adalah jenis kristal yang bersifat *soft scale* (kerak lunak) yang mudah terlepas atau dibersihkan dari dinding pipa. Studi tentang pengaruh medan magnet terhadap pembentukan kerak khususnya pada deposit kerak akan melengkapi studi komprehensif pengaruh medan magnet dalam proses presipitasi CaCO_3 dan efektivitas AMT.

Kecenderungan penahanan pembentukan kerak CaCO_3 dengan menggunakan metode magnetisasi pada penelitian ini akan dititik beratkan pada



pengaruh laju nukleasi akibat adanya magnetisasi pada kondisi fluida statis. Sehingga diharapkan, akan diperoleh gambaran tentang mekanisme presipitasi CaCO_3 .

I.2 RUMUSAN MASALAH

Rumusan masalah pada penelitian yang dilakukan ini adalah bagaimanakah mendapatkan gambaran presipitasi CaCO_3 pada larutan dan deposit serta memperoleh kejelasan spesies ion yang berpengaruh terhadap medan magnet. Mengetahui morfologi deposit kristal CaCO_3 dan populasi CaCO_3 yang terbentuk.

I.3 TUJUAN PENELITIAN

1. Memperoleh kejelasan dan pemahaman tentang efek magnetisasi terhadap presipitasi CaCO_3 di larutan dan deposit.
2. Mengamati spesies ion yang berpengaruh terhadap presipitasi CaCO_3 akibat medan magnet.
3. Melihat morfologi deposit kristal dan populasi CaCO_3 yang terbentuk.

I.4 BATASAN MASALAH

Ruang lingkup yang akan dilakukan pada penelitian ini adalah :

- 1 Metode yang digunakan adalah metode ion (magnetisasi dilakukan terhadap ion CO_3^{2-} atau HCO_3^-).
- 2 Jenis sistem fluida yang akan digunakan adalah fluida statis (fluida yang dimagnetisasi dalam keadaan diam).
- 3 Larutan air sadah yang digunakan adalah larutan sintesis Na_2CO_3 , NaHCO_3 dan CaCl_2 .
- 4 Parameter kondisi operasi yang akan dilakukan adalah lama magnetisasi, nilai pH, dan variasi larutan karbonat.



- 5 Mengukur kandungan ion Ca^{2+} pada larutan dan deposit dengan titrasi kompleksometri EDTA. Pengukuran dilakukan terhadap sampel yang dimagnetisasi maupun yang tidak dimagnetisasi.
- 6 Morfologi dan populasi deposit CaCO_3 dipermukaan antara sampel yang dimagnetisasi dan tidak dimagnetisasi di uji dengan SEM.

I.5 SISTEMATIKA PENULISAN

Abstrak

Bab I : Pendahuluan

Bab ini berisi latar belakang masalah, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah dan sistematika penulisan.

Bab II : Tinjauan Pustaka

Bab ini berisi tentang mekanisme pembentukan partikel CaCO_3 tanpa medan magnet, mekanisme pembentukan partikel CaCO_3 dalam medan magnet, pembentukan kristal CaCO_3 , parameter pH dan metode titrasi kompleksometri EDTA.

Bab III : Metode Penelitian

Bab ini berisi mengenai metodologi penelitian secara keseluruhan mencakup diagram alir penelitian, persiapan peralatan dan bahan percobaan, serta prosedur metode analisis yang digunakan dalam magnetisasi.

Bab IV : Hasil dan Pembahasan

Bab ini berisi tentang pembahasan mengenai efek presipitasi CaCO_3 dengan variasi lama magnetisasi, variasi pH untuk melihat spesies ion karbonat yang terpengaruhi oleh medan magnet, model larutan NaHCO_3 , serta morfologi dan populasi partikel CaCO_3 dari uji foto SEM.

Bab V : Kesimpulan

Daftar Pustaka



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Mekanisme presipitasi CaCO_3 pada air sadah merupakan proses kesetimbangan kompleks baik pada fasa larutan (*homogenous precipitation*) maupun pada fasa permukaan (*heterogenous precipitation*) atau pembentukan deposit CaCO_3 . Dalam bagian-bagian ini akan dijelaskan teori-teori tentang mekanisme pembentukan partikel CaCO_3 tanpa pengaruh medan magnet maupun dengan adanya medan magnet. Parameter pH, dan metode titrasi kompleksometri EDTA merupakan aspek yang akan dikaji dalam bab ini.

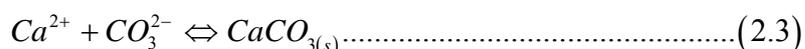
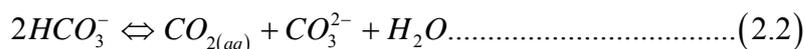
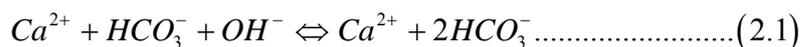
II.1 MEKANISME PEMBENTUKAN PARTIKEL CaCO_3 TANPA MEDAN MAGNET

Mekanisme presipitasi partikel CaCO_3 pada air sadah merupakan proses kesetimbangan yang dipengaruhi oleh kesadahan air, suhu, pH, dan alkalinitas. Presipitasi CaCO_3 secara homogen memiliki perbedaan mekanisme yang cukup besar dibanding dengan presipitasi CaCO_3 secara heterogen. Jenis, jumlah dan ukuran kristal merupakan parameter yang akan dijelaskan.

II.1.1 Reaksi Kesetimbangan Presipitasi CaCO_3

II.1.1.1 Model Presipitasi Lambat

Air tanah banyak mengandung mineral terlarut seperti ion Ca^{2+} , Mg^{2+} , bikarbonat (HCO_3^-), gas CO_2 , dan lainnya. Mekanisme presipitasi pada air sadah salah satunya dipengaruhi oleh pH. Dengan lepasnya gas terlarut CO_2 ke udara, maka pH larutan akan naik dan terjadi tahapan reaksi kesetimbangan pembentukan kerak (*scale*) CaCO_3 seperti persamaan 2.1 - 2.3 berikut ini :





Harga supersaturasi (δ_s) dari larutan merupakan fungsi dari hasil kali kelarutan, K_{sp} (pers (2-2))

$$\delta_s = \frac{[Ca^{2+}][CO_3^{2-}]}{K_{sp}} \dots\dots\dots(2.4)$$

Pada suhu ruang [4], harga $K_{kalsit} = 3,16 \times 10^{-9}$, $K_{aragonit} = 4,78 \times 10^{-9}$ dan $K_{vaterit} = 12,6 \times 10^{-9}$. Untuk mulai terjadinya pembentukan inti dilarutan (*homogeneous nucleation*) maka dibutuhkan harga $\delta_s = \delta_{kritis} = 40$ dan di permukaan $\delta_s = \delta_{kritis} = 20$ [1]. Model kesetimbangan ini berjalan sangat lambat, dan untuk mempercepat proses presipitasi $CaCO_3$ dapat dilakukan dengan menaikkan suhu, pH, degassing gas CO_2 dengan N_2 atau memberikan beda potensial pada larutan. Model larutan $CaCO_3$ ini telah digunakan oleh beberapa peneliti untuk memodelkan fenomena pembentukan kerak pada air sadah dimana larutan $CaCO_3$ didapat dengan melarutkan $CaCO_3$ bubuk dalam air serta mengalirkan gelembung gas CO_2 [5, 6, 7]. Larutan $CaCO_3$ yang dihasilkan bersifat asam (pH : 5 – 6) dan akan meningkat mendekati pH iso-elektrik kalsit yaitu sekitar 8,4 seiring dengan meningkatnya jumlah $CaCO_3$ yang terbentuk.

II.1.1.2 Model Presipitasi Cepat (Spontan)

Model larutan lain yang juga digunakan oleh banyak peneliti [3, 8, 9] dalam mengamati presipitasi $CaCO_3$ adalah dengan mencampurkan larutan Na_2CO_3 dan $CaCl_2$ dengan reaksi sebagai berikut [6] :



Proses pembentukan $CaCO_3$ ini berjalan cepat terutama pada fasa larutan. Campuran larutan yang dihasilkan bersifat basa (pH 10 – 11) dan akan menurun mendekati pH iso-elektrik kalsit yaitu sekitar 8,4 seiring dengan meningkatnya jumlah $CaCO_3$ yang terbentuk. Data-data termodinamik reaksi pembentukan $CaCO_3$ dapat dilihat pada tabel 2.1.

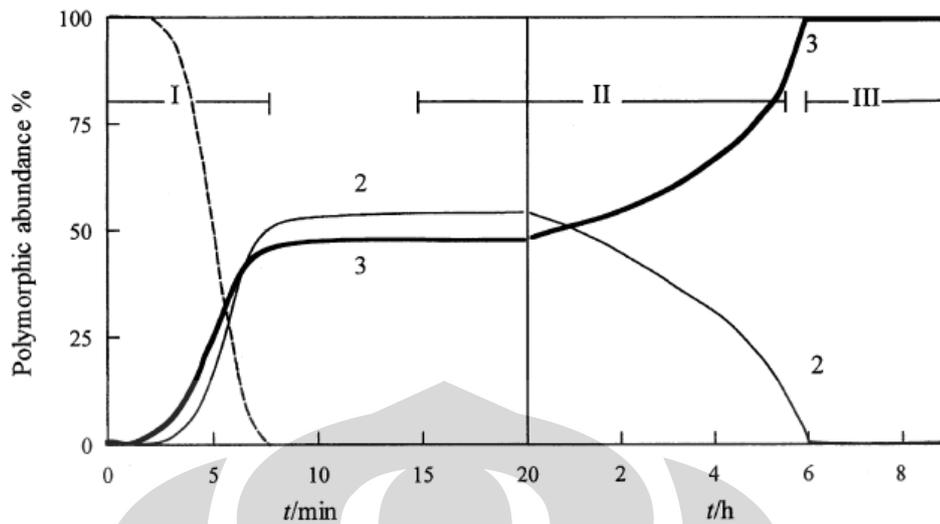
**Tabel 2.1** Data Termodinamik Reaksi Pembentukan CaCO₃

Reaksi Keseimbangan	ΔH° (kcal/mol)	ΔG° (kcal/mol)
$\text{Ca}^{2+}_{(\text{aq})} + 2\text{HCO}_3^{-}_{(\text{aq})} \Leftrightarrow \text{CO}_{2(\text{aq})} + \text{CaCO}_{3(\text{s})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$	4,68	-5,88
$2\text{HCO}_3^{-}_{(\text{aq})} \Leftrightarrow \text{CO}_3^{2-}_{(\text{aq})} + \text{CO}_{2(\text{aq})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$	3,72	+5,4
$\text{Ca}^{2+}_{(\text{aq})} + \text{CO}_3^{2-}_{(\text{aq})} \Leftrightarrow \text{CaCO}_{3(\text{s})}$	2,95	-11,48

Berdasarkan Tabel 2.1 menunjukkan bahwa reaksi pembentukan CaCO₃ bersifat endotermis, dimana kenaikan suhu menyebabkan jumlah CaCO₃ yang terbentuk meningkat. Reaksi pembentukan CaCO₃ yang berasal dari Ca²⁺ dan CO₃²⁻ jauh lebih spontan / cepat ($\Delta G^{\circ} = -11,48$ kcal/mol) dibanding yang berasal dari Ca²⁺ dan HCO₃⁻ ($\Delta G^{\circ} = -5,88$ kcal/mol). Data ini sesuai dengan percobaan yang dilakukan menggunakan model larutan CaCO₃ dan campuran larutan Na₂CO₃ dan CaCl₂.

II.1.2 Mekanisme Presipitasi dan Terbentuknya Kristal CaCO₃ di Larutan

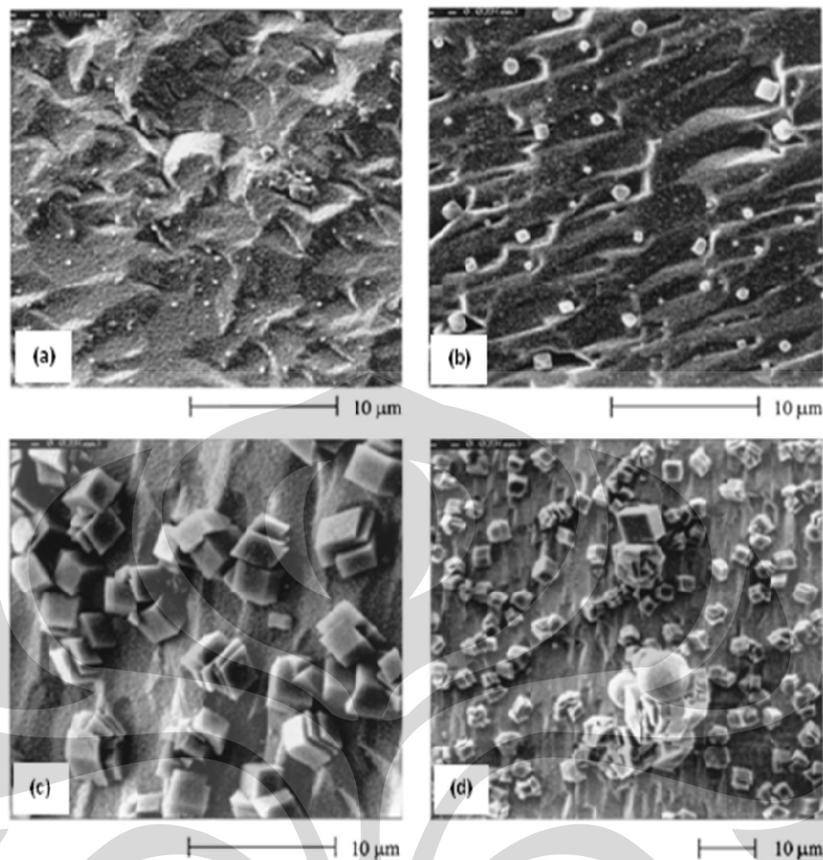
Presipitasi CaCO₃ dalam larutan (*homogeneous precipitation*) dibagi dalam tiga tahapan yaitu nukleasi, dehidrasi dan pertumbuhan kristal. Prosesnya diawali dengan aglomerasi ion-ion Ca²⁺ dan CO₃²⁻ membentuk kluster. Interaksi yang lebih kuat menyebabkan agregat tersebut membentuk koloid nuklei dan akan tumbuh menjadi kristal yang stabil [10]. Koloid nuklei yang terbentuk pada awal presipitasi diidentifikasi sebagai CaCO₃ amorf (ACC) yang bersifat tidak stabil. ACC selanjutnya bertransformasi membentuk kristal vaterit yang berbentuk bola dan kalsit yang berbentuk kotak. Kristal vaterit bersifat meta-stabil dan akan bertransformasi lebih lanjut menjadi kalsit. Hal ini ditunjukkan dengan jelas oleh Abdel [9], dengan menggunakan model larutan Na₂CO₃ dan CaCl₂ seperti yang terlihat pada Gambar 2.1. Sumbu tegak menunjukkan persen jenis kristal yang terbentuk dan sumbu datar menunjukkan waktu presipitasi. Zona I menunjukkan tahap pertama pertumbuhan kristal, dan Zona II adalah tahap kedua pertumbuhan kristal, sementara Zona III Tahap Keseimbangan.



Gambar 2.1. Kurva Persen komposisi Kristal (----ACC), (— Vaterit), (— kalsit) Dalam Larutan sebagai fungsi Waktu pada suhu 25 °C , $\omega = 300$ rpm [9]

II.1.3 Mekanisme Terbentuknya Kristal CaCO_3 di Deposit.

Kerak (scale) didefinisikan sebagai partikel CaCO_3 yang terbentuk di dinding pipa (deposit). Abdel melakukan pengamatan deposit CaCO_3 dari larutan Na_2CO_3 dan CaCl_2 . Hasil Analisis SEM pada deposit CaCO_3 menunjukkan kristal CaCO_3 yang terbentuk pada 1,5 jam pertama presipitasi hampir semuanya adalah kalsit, setelah itu mulai tampak sejumlah kecil kristal vaterit (kurang dari 3 %) pada permukaan (Gambar 2.2) [9]. Hal ini menunjukkan adanya suatu perbedaan yang signifikan antara mekanisme pembentukan kristal dilarutan dan di deposit dimana presipitasi di deposit akan jauh lebih dominan membentuk kristal kalsit dibanding presipitasi di larutan.



Gambar 2.2. Gambar SEM Pada Permukaan Logam Emas Untuk Peresipitasi Selama (a) 1 Menit, (b) 3 Menit, (c) 8 Menit dan (d) 1,5 Jam. Pada Suhu 25 °C , $\omega = 300$ rpm [9]

II.2 MEKANISME PEMBENTUKAN PARTIKEL CaCO_3 DALAM MEDAN MAGNET

Pengaruh medan magnet terhadap Pembentukan Partikel CaCO_3 pada bagian ini akan dijelaskan dalam beberapa aspek, dimulai dengan tinjauan terhadap hasil-hasil penelitian yang sudah ada. Selanjutnya penjelasan tentang pengaruh suhu dan orientasi magnet. Selain itu parameter pH disinggung untuk lebih memahami mekanisme presipitasi CaCO_3 dalam medan magnet.

Pengaruh medan magnet terhadap pembentukan partikel CaCO_3 telah banyak dilaporkan oleh para peneliti dan praktisi dalam beberapa tahun terakhir. Fasilitas Search Engine google mendapatkan 1.6 juta web yang berkaitan dengan kata kunci “Anti-scale magnetic treatment”. Sebagian besar web tersebut adalah promosi produk pencegahan kerak oleh produsen alat dan hanya Sebagian kecil



web merupakan makalah dan hasil studi fundamental pengaruh medan magnet terhadap pembentukan kerak.

II.2.1 Tinjauan Hasil Penelitian AMT Untuk Pencegahan Scale

Pengaruh medan magnet terhadap pembentukan partikel CaCO_3 telah banyak dilaporkan oleh para peneliti dan praktisi dalam beberapa tahun terakhir. Meskipun sudah banyak publikasi jurnal ilmiah menunjukkan hasil yang konkrit tentang pengaruh medan magnet terhadap pembentukan *scale*, namun isu tentang fenomena sesungguhnya yang terjadi masih kontroversial. Beberapa peneliti melaporkan penurunan *scale* yang terjadi mencapai hingga 50 % menggunakan aliran sirkulasi [4], sementara peneliti lainnya tidak atau sedikit sekali pengurangan *scale* yang terjadi [11], bahkan beberapa peneliti mendapatkan penambahan jumlah *scale* yang terbentuk dengan adanya medan magnet [8]. Untuk itu penjelasan pada bagian ini akan diklasifikasikan berdasarkan kondisi operasi untuk dapat melihat keterkaitan dari hasil-hasil penelitian AMT yang telah dilaporkan.

II.2.2 Magnetisasi Fluida Statis

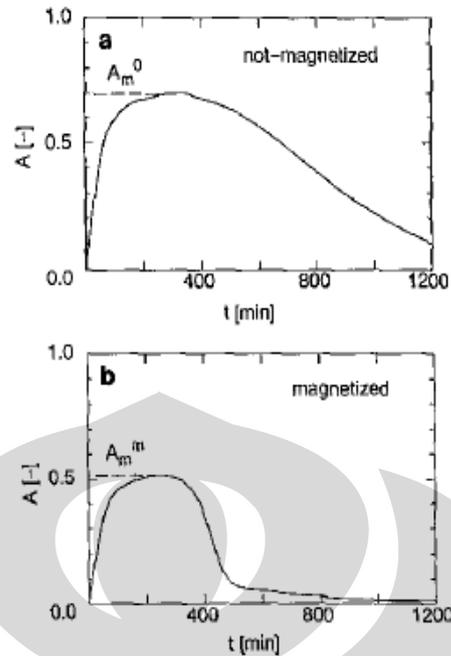
Sistem statis (*quiescent condition*) adalah kondisi dimana sampel air tidak bergerak saat dimagnetisasi. Hipotesis yang banyak diberikan untuk kondisi ini adalah magnetisasi dapat memodifikasi hidrasi ion dan permukaan padatan, dimana molekul H_2O yang terikat lemah di sekitar ion bersifat quasi-stabil dan dibuat lebih teratur (*structured*) oleh adanya medan magnet sehingga meningkatkan lapisan absorpsi pada permukaan ion hidrat [3]. Sistem ini awalnya dikembangkan untuk lebih melihat fenomena pengaruh medan magnet terhadap proses pembentukan partikel CaCO_3 . Sistem ini telah digunakan oleh para peneliti dalam beberapa jurnal ilmiah [2, 3, 12, 13].



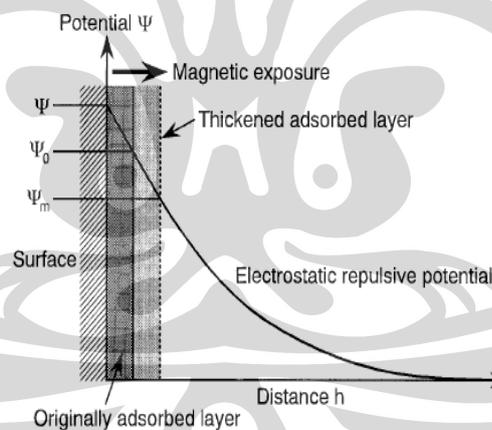
II.2.3 Mekanisme Ion Pada Presipitasi CaCO_3

Air sadah dapat mengandung ion Ca^{2+} dan CO_3^{2-} serta partikel CaCO_3 . Magnetisasi ion CO_3^{2-} dapat memperkuat ikatan antara ion dengan molekul air disekitarnya sehingga dapat menekan pembentukan CaCO_3 . Higashitani [3] melakukan percobaan dengan sistem fluida statis dimana larutan Na_2CO_3 dimagnetisasi dalam keadaan diam pada kuat medan 4500 Gauss selama 10 menit (metode ion). Selanjutnya larutan Na_2CO_3 dicampur dengan larutan CaCl_2 untuk diamati proses presipitasinya menggunakan spektrofotometer UV pada panjang gelombang 350 nm. Hasil pengamatan menunjukkan terjadi penurunan laju nukleasi CaCO_3 pada sampel termagnetisasi (Gambar 2.3). Hal ini menunjukkan bahwa magnetisasi ion CO_3^{2-} dalam larutan Na_2CO_3 dapat menekan pembentukan CaCO_3 di fasa larutan. Hasil ini juga diperkuat oleh beberapa peneliti lainnya [2, 14] meskipun Kney [15] dalam laporannya mempertanyakan reproduisibilitas data tersebut. Efek magnetisasi terhadap larutan Na_2CO_3 ternyata dapat bertahan dalam waktu yang cukup lama hingga 120 jam [3], meskipun medan magnet sudah tidak ada. Fenomena tersebut dikenal dengan efek memori magnetik. Hasil analisis lebih lanjut menunjukkan terjadi penurunan jumlah partikel CaCO_3 dan peningkatan ukuran kristal CaCO_3 di permukaan pada sampel termagnetisasi [3]. Higashitani memberikan hipotesis bahwa telah terjadi perubahan molekul ion hidrat CO_3^{2-} yang bersifat meta-stabil menjadi lebih stabil (structured) dengan adanya pengaruh medan magnet.

Hasil penelitian Higashitani selanjutnya berhasil membuktikan adanya penebalan adsorbed layer sebagai akibat adsorpsi molekul ion hidrat tersebut pada permukaan seperti yang terlihat pada Gambar 2.4 [12].



Gambar 2.3 Absorbansi Campuran Larutan Na_2CO_3 dan CaCl_2 (a) Sampel Na_2CO_3 Non-Magnetisasi, (b) Sampel Na_2CO_3 Termagnetisasi [3].



Gambar 2.4 Pengaruh Paparan Medan Magnet Terhadap Adsorbed Layer [12].

Dalam laporan yang sama Higashitani mendapatkan bahwa makin tinggi energi Gibbs dari hidrasi ion, maka efek magnetisasi semakin kecil. Itu sebabnya dalam percobaan Higashitani sebelumnya hanya larutan Na_2CO_3 yang dimagnetisasi, sedangkan jika larutan CaCl_2 yang dimagnetisasi tidak menghasilkan dampak pada proses presipitasinya. Hal ini diduga disebabkan energi Gibbs hidrasi anion CO_3^{2-} lebih rendah dibanding kation Ca^{2+} .



Oshitami [16] mendapatkan bahwa efek maksimum magnetisasi berupa penebalan adsorbed layer dapat dipercepat waktunya dengan menciptakan suatu perubahan kuat medan (*magnetic pulse*) yang dikenai pada larutan yang diam. Hasil pengujian menggunakan larutan KCl menunjukkan terjadi penurunan waktu magnetisasi efektif sebesar 30 kali untuk frekuensi 30 Hz dibanding tanpa *magnetic pulse*. Hal ini dapat menjadi penjelasan mengapa magnetisasi sistem fluida dinamik lebih efektif dibanding sistem fluida statik.

Pengukuran proses presipitasi yang dilakukan oleh Higashitani menggunakan spektrofotometer UV, artinya yang terbaca dari alat tersebut adalah serapan (absorbansi) sampel terhadap sinar UV yang dilewatkan. Hal ini menandakan bahwa proses presipitasi tidak diukur ion yang terlibat dalam proses presipitasi langsung, melainkan absorbansi dari proses presipitasi yang terjadi, data absorbansi tersebut tidak dapat dijadikan sebagai data kinetik proses presipitasi CaCO_3 . Oleh karena itu perlu metode pengukuran yang lebih baik untuk mengamati proses presipitasi dan memperoleh data kinetik tersebut.

II.3 PEMBENTUKAN KRISTAL CaCO_3

Pembuktian bahwa magnetisasi mendorong terbentuknya kerak lunak berupa kristal aragonit merupakan topik penelitian yang hangat dikalangan para peneliti AMT, dan penjelasan fenomena sebenarnya masih belum terjawab. Para Peneliti yang menggunakan sampel larutan Na_2CO_3 dan CaCl_2 dengan metode ion [2, 3] menunjukkan adanya kecenderungan pembentukan kristal aragonit pada fasa larutan, meskipun tidak signifikan.

Menurut Kobe [6, 17], salah satu mekanisme yang menjelaskan mengenai pengaruh dari medan magnet sehingga mampu mendorong CaCO_3 untuk membentuk kristal aragonit, dapat diterangkan berdasarkan perhitungan tingkat energi elektron paling dasar dari masing-masing struktur kristal CaCO_3 . Perhitungan awal untuk kedua bentuk kristal ini menganjurkan bahwa *ground electronic states* aragonit berada pada 28 eV di atas *ground electronic states* kalsit. Oleh karena itu, ion-ion Ca^{2+} dan CO_3^{2-} membutuhkan energi kinetik yang lebih

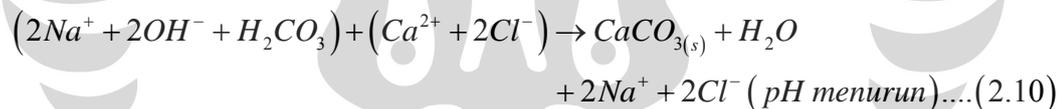


besar untuk mencapai tingkat energi elektron paling dasar dari aragonit dan hal tersebut dapat tercapai dengan adanya induksi medan magnet yang akan meningkatkan energi kinetik dari ion-ion tersebut.

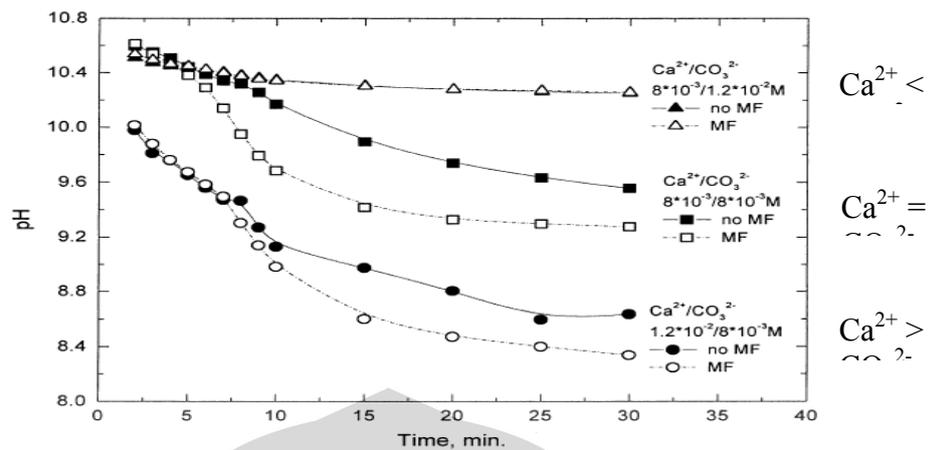
II.4 PARAMETER pH

Harga perubahan pH pada proses presipitasi CaCO_3 dipengaruhi oleh suatu kesetimbangan padatan CaCO_3 kalsit hasil presipitasi dengan larutan ionnya. Dengan bertambahnya padatan CaCO_3 kalsit yang terbentuk akan menggeser pH larutan kearah harga pH isoelektrik Kalsit yaitu 8,2 – 8,3 pada suhu 20 – 30 °C [6].

Air sadah sintetik yang berasal dari larutan Na_2CO_3 dan CaCl_2 yang banyak diamati oleh para peneliti untuk memodelkan proses presipitasi partikel CaCO_3 memiliki pH basa (alkaline pH). Reaksinya dapat ditulis seperti pada persamaan (2.9) dan (2.10).



Dari persamaan (2.9) terlihat bahwa pelarutan Na_2CO_3 dan H_2O menyebabkan larutan bersifat basa (pH 10,5 – 10,6) [6] dan dengan penambahan CaCl_2 akan terjadi presipitasi homogen dan heterogen (terbentuk padatan kalsit) akan mendorong pH menurun kearah pH isoelektrik kalsit seperti terlihat pada Gambar 2.6.

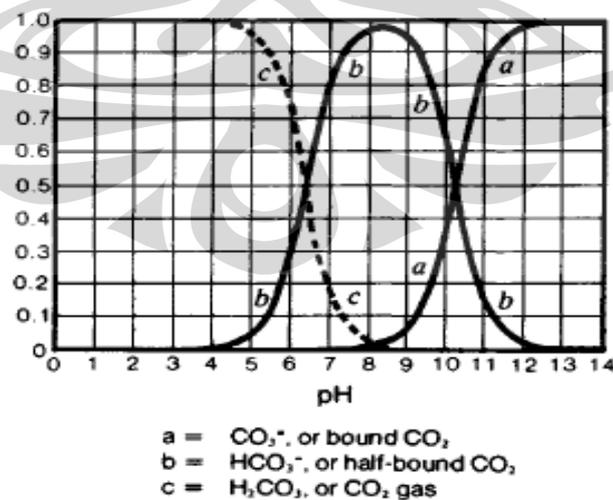


Gambar 2.5 Perubahan pH Fungsi Waktu Pada Proses Presipitasi CaCO_3 (Larutan Na_2CO_3 dan CaCl_2) Untuk Larutan Dimagnetisasi (MF) Dan Tidak Dimagnetisasi (no MF) Pada Suhu 20°C .

[6]

Gambar 2.5 menunjukkan bahwa magnetisasi dapat lebih menurunkan pH larutan untuk jumlah ion $\text{Ca}^{2+} \geq \text{CO}_3^{2-}$. Harga pH yang lebih mendekati pH kesetimbangan Kalsit (pH Isoelektrik) akan menekan laju pembentukan kalsit.

Di dalam larutan Na_2CO_3 terdapat kesetimbangan antara ion CO_3^{2-} (karbonat) dengan HCO_3^- (bikarbonat). Besarnya fraksi kedua ion tersebut di dalam larutan dapat di lihat dari nilai pH larutan Na_2CO_3 . Besarnya fraksi ion CO_3^{2-} dan HCO_3^- di dalam larutan sebagai fungsi pH dapat di lihat pada Gambar 2.6 berikut ini :



Gambar 2.6 Efek Perubahan pH Terhadap Fraksi Ion Karbonat Dan Bikarbonat di Dalam Larutan.[15]



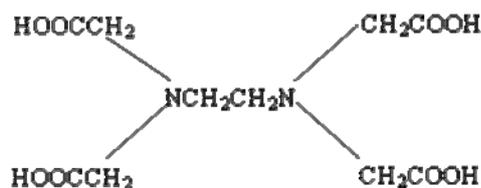
Pelarutan Na_2CO_3 dan H_2O menyebabkan larutan bersifat basa (pH 10,5 – 10,6) [6], dari Gambar 2.6 di atas terlihat bahwa pada kisaran pH 10,5-10,6 di dalam larutan Na_2CO_3 terdapat dua spesies ion, yaitu ion CO_3^{2-} dan HCO_3^- . Ini artinya, pada magnetisasi mekanisme ion, ion yang termagnetisasi bukan hanya CO_3^{2-} , tetapi juga ion HCO_3^- . Oleh karena itu ada kemungkinan ion yang berpengaruh terhadap efek magnet adalah HCO_3^- , hal ini diperkuat dengan nilai $-\Delta G_{\text{hydration}}$ dari ion HCO_3^- lebih kecil dari ion CO_3^{2-} . Semakin besar nilai $-\Delta G_{\text{hydration}}$ mengartikan bahwa ikatan hidrat yang terbentuk semakin kuat, dan efek magnet akan menjadi kecil dengan besarnya ikatan hidrat tersebut. Data nilai $-\Delta G_{\text{hydration}}$ untuk ion Ca^{2+} , Cl^- , Na^+ , CO_3^{2-} dan HCO_3^- dapat di lihat pada Tabel 2.2 berikut ini :

Tabel 2.2 Data $-\Delta G_{\text{hydration}}$ Untuk Ion Ca^{2+} , Cl^- , Na^+ , CO_3^{2-} dan HCO_3^- [19]

Ion	$-\Delta G_{\text{hydration}}$ (kJ/mol)
Ca^{2+}	1505
Cl^-	340
Na^+	365
CO_3^{2-}	1315
HCO_3^-	335

II.5 METODE TITRASI KOMPLEKSOMETRI EDTA

EDTA adalah singkatan dari *Ethylene Diamine Tetraacetic Acid*. EDTA ini merupakan asam aminopolikarboksilat, karena mempunyai gugus amine dan gugus karboksilat. EDTA mempunyai struktur molekul sebagai berikut :



Gambar 2.7 Struktur Molekul EDTA [11].



Dari struktur molekul tampak bahwa EDTA merupakan asam berbasa empat. EDTA sering ditulis sebagai H_4Y , EDTA mengalami pengionan bertahap melepaskan ion hidrogen satu per satu.

Alasan digunakannya EDTA sebagai pereaksi titrimetrik adalah :

1. EDTA dengan ion logam selalu terbentuk kompleks 1:1 (satu molekul EDTA dengan satu ion logam) sehingga reaksi berjalan satu tahap.
2. konstanta kestabilan kelatnya umumnya besar sekali sehingga reaksinya sempurna

Pembentukan kelat antara logam (M) dengan EDTA (Y) dapat ditulis secara umum sebagai berikut:



Misalnya pada reaksi pembentukan kelat ion kalsium dengan EDTA adalah sebagai berikut:



EDTA dapat berbentuk kristal H_4Y atau kristal garam dinatriumnya, $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$. Kristal H_4Y sukar larut dalam air maka untuk melarutkannya harus digunakan NaOH yang cukup untuk membentuk garam dinatrium yang sangat mudah larut dalam air.

Pada titrasi kompleksometri EDTA penentuan titik akhir yang diperlihatkan oleh perubahan warna, bukan diakibatkan perubahan pH seperti yang terjadi pada titrasi asam basa. Agar titrasi EDTA berjalan dengan baik maka dibutuhkan buffer pH, karena reaksi antara EDTA dengan logam dapat menghasilkan asam. Misalnya reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



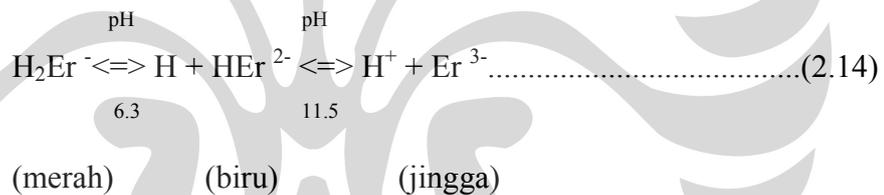
Terdapat pH minimum pada titrasi EDTA ini. Titrasi pada pH lebih rendah dan pH batas tersebut, maka titrasi akan menjadi tidak layak (*not feasible*). pH



minimum diperlukan agar titik akhir titrasi dapat terlihat dengan jelas, karena hasil titrasi untuk pH dibawah pH minimum akan samar.

Pengetahuan tentang pH minimum ini penting, sebab selain menentukan apakah titrasi dapat berjalan sempurna, pemakaian pH yang terlalu tinggi mengandung bahaya hidrolisa ion logam atau bahkan sampai menyebabkan terbentuknya endapan logam tersebut, sehingga juga menggagalkan titrasinya. Karena itu dipakai pedoman, pH untuk titrasi diambil sedekat mungkin dengan pH minimum. pH minimum ditentukan oleh konstanta kesetimbangan titrasi, indikator untuk titrasi kelatometri, dan trayek pM.

Indikator untuk kelatometri adalah zat wama organik yang bersifat asam atau basa lemah, dan di samping itu juga merupakan pengkelat yang dapat mengkompleks ion logam. Eriochrome Black T (EBT) adalah indikator yang biasa digunakan untuk metode titrasi kelatometri. EBT ini bersifat asam lemah. EBT biasa dtulis sebagai H_3Er . EBT mempunyai trayek warna berdasarkan pH sebagai berikut:



Pada kondisi pH 6.3 – 11.5, HEr^{2-} berwarna biru, karena kebanyakan kompleks ion logam dengan Er^{3-} berwarna merah, maka titrasi dimana digunakan EBT haruslah menggunakan buffer dengan nilai pH di antara kedua nilai tersebut, agar terjadi perubahan warna yang jelas dari merah ke biru. Pada pH di bawah 6.3, indikator bebas dan kelatnya hampir tidak berbeda wama atau bahkan sama. Demikian pula pada pH di atas 11.5, sehingga perbedaan wama antara saat sebelum dan sesudah titik ekivalen tidak jelas dan mempersulit penentuannya. Reaksi yang terjadi pada titrasi EDTA ini adalah sebagai berikut:

1. Pada waktu indikator ditetaskan ke dalam larutan ion logam, terjadi reaksi :



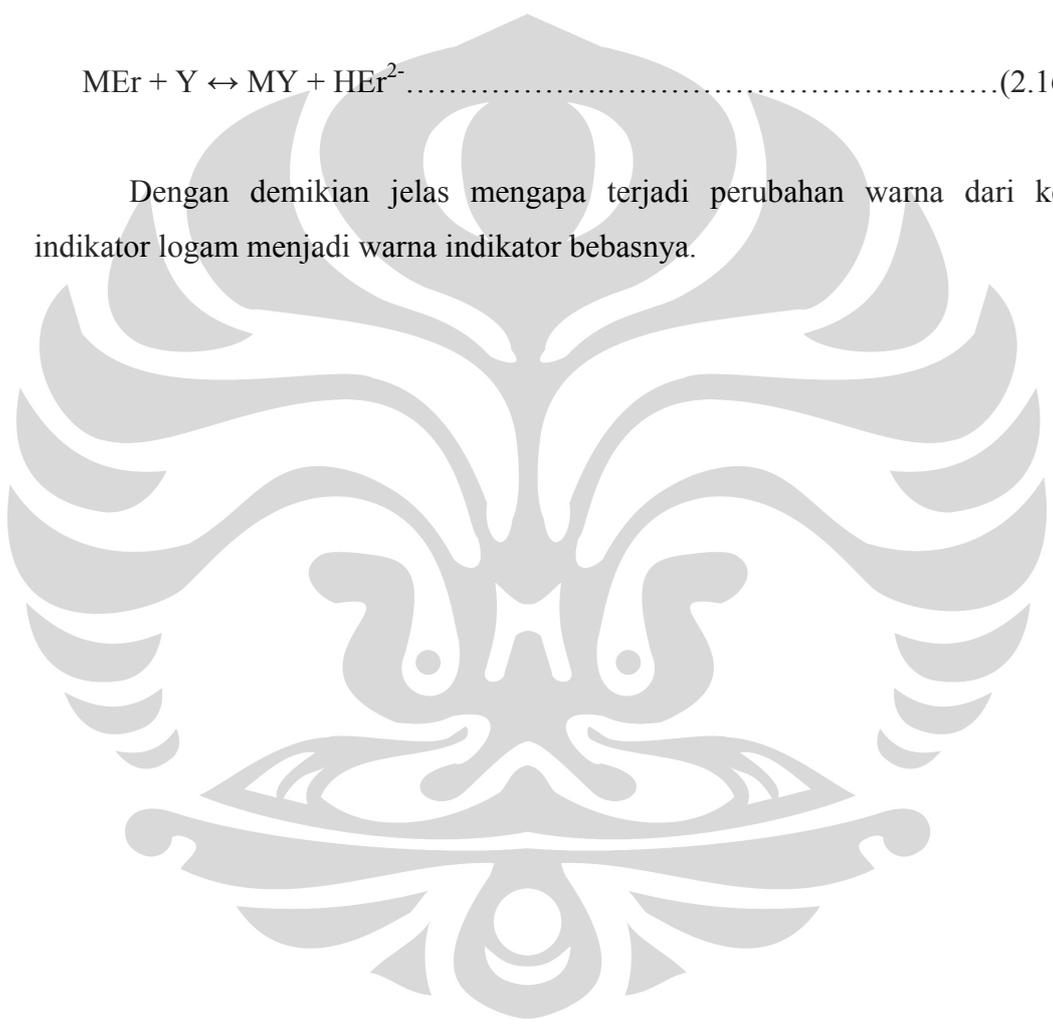


Reaksi antara logam dengan indikator EBT menghasilkan senyawa yang memberikan warna merah (MEr).

2. Pada saat dititrasi terjadi reaksi pengkelatan antara logam yang sudah dikelat oleh indikator menjadi dikelat oleh EDTA. Pada saat akhir titrasi atau ketika semua logam sudah terkelat oleh EDTA maka akan terjadi perubahan warna karena indikator EDTA sudah kembali pada bentuk HEr^{2-} yang berwarna biru pada trayek pH 6.3 – 11.5. Reaksinya adalah sebagai berikut:



Dengan demikian jelas mengapa terjadi perubahan warna dari kelat indikator logam menjadi warna indikator bebasnya.





BAB III

METODE PENELITIAN

III.1 METODE PENELITIAN

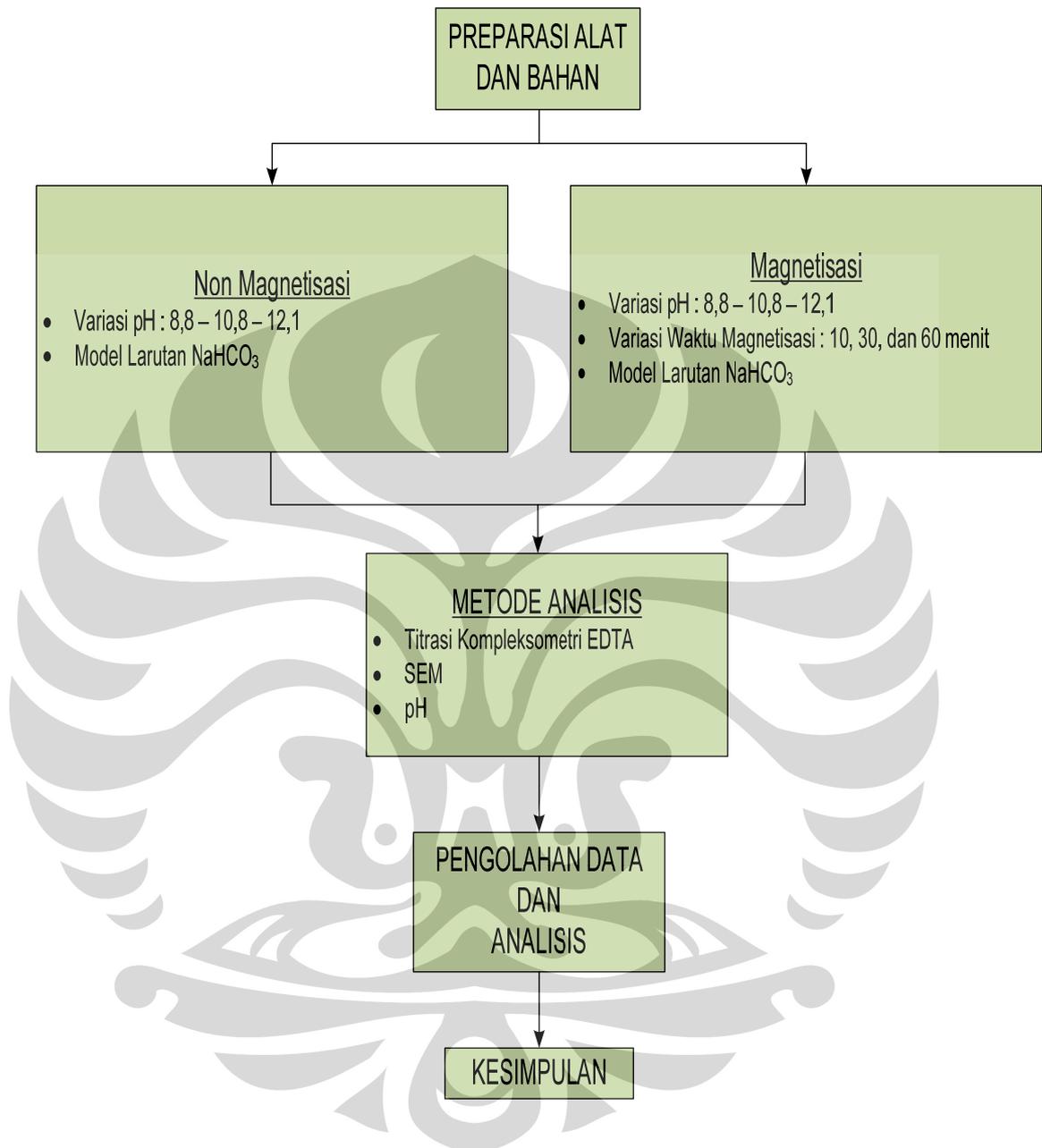
Preparasi sampel adalah tahapan terpenting dalam penelitian, sebab kesalahan analisis dapat terjadi karena adanya kesalahan dari preparasi sampel. Untuk mencegah terjadinya kesalahan dalam preparasi sampel, semua larutan yang akan digunakan dalam penelitian ini menggunakan pelarut air bebas ion (*demineralized water*). Selain unsur H₂O, air juga mengandung ion-ion lain yang terlarut didalamnya, meskipun air tersebut adalah air aquades. Ion-ion yang terkandung didalam air akan mengganggu jalannya reaksi. Akibatnya akan terjadi kesalahan analisis. Penggunaan titrasi kompleksometri dalam analisis juga menuntut penggunaan air bebas ion mengingat sifat EDTA yang dapat mengkompleks ion-ion yang terkandung di dalam air.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan natrium karbonat (Na₂CO₃) 0,01 M; natrium bikarbonat (NaHCO₃) 0,01 M, dan kalsium klorida (CaCl₂) 0,01 M. Analisis kandungan Ca²⁺ dilakukan dengan titrasi kompleksometri, dengan menggunakan larutan EDTA sebagai titran. Titrasi kompleksometri EDTA juga digunakan untuk menganalisis Ca²⁺ pada endapan CaCO₃ yang terbentuk, namun perlu dilakukan tahapan pelarutan endapan dengan menggunakan asam klorida encer (0,1 M) sebanyak 20 ml. untuk mencegah terjadinya kesalahan akibat penambahan larutan HCl, maka larutan HCl yang digunakan juga perlu dilakukan titrasi EDTA.

Untuk melihat morfologi dan populasi deposit CaCO₃ baik pada sampel yang dimagnetisasi maupun non-magnetisasi dilakukan dengan menggunakan SEM pada perbesaran tertentu.



Diagram alir penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.1 dibawah ini :



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

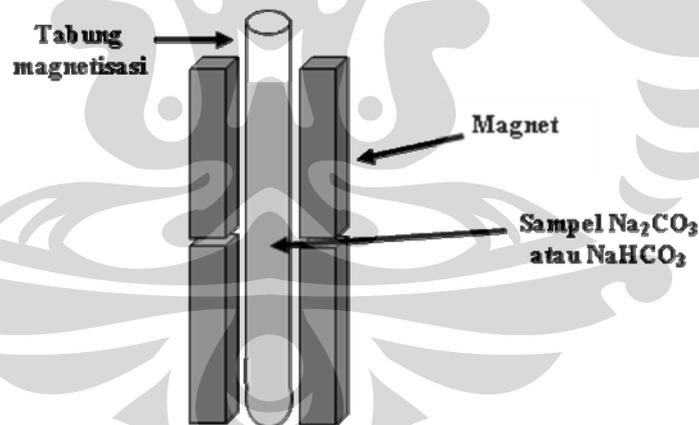
III.2 PREPARASI ALAT DAN BAHAN

Peralatan yang digunakan adalah *beaker glass* 100 dan 250 ml, labu takar 100 dan 1000 ml, pipet mohr 10 ml, pipet volumetrik 20 ml, erlenmeyer 50 dan 250 ml, buret 10 dan 25 ml, batang pengaduk gelas, pipet tetes, tabung reaksi (dimensinya seragam), *stopwatch*, magnet batang permanen dengan coating, timbangan analitik, kaca arloji, statif, aluminium foil, plastik *wrap*, *digital pH meter*, *vacuum rubber seal*, dan seperangkat alat *SEM*.

Bahan – bahan yang digunakan adalah air aquades, air demin, natrium karbonat (Na_2CO_3), natrium bikarbonat (NaHCO_3), kalsium klorida (CaCl_2), titriplex III (EDTA), Buffer pH 10, Hidroksilamin HCl, indikator Erio Chrome Black-T 0,5 % (EBT), HCl 0,1 M, HCl pekat, larutan standar CaCO_3 0,01 M, NaOH 0,1 M, dan indikator phenolftalein.

III.3 PERALATAN MAGNETISASI STATIS

Peralatan magnetisasi sistim statis yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Skema Alat Magnetisasi

Besarnya medan magnet ditengah tabung reaksi sebesar 5200 Gauss, dan di dinding tabung 4200 Gauss.



III.4 PROSEDUR PENELITIAN

Prosedur penelitian terdiri dari preparasi sampel dan analisis sampel. Preparasi sampel terdiri atas pembuatan larutan natrium karbonat, natrium bikarbonat dan kalsium klorida masing-masing 0,01 M serta pembuatan bahan-bahan lainnya seperti larutan EDTA 0,01 M, indikator EBT 0,5%, larutan standar CaCO_3 0,01 M, larutan HCl 0,1 M, dan buffer pH 10.

Prosedur analisis akan terdiri dari penentuan kandungan Ca^{2+} (magnetisasi dan non-magnetisasi) baik di permukaan maupun di larutan pada variasi waktu magnetisasi, pH, dan larutan karbonat. Berikut ini adalah penjelasan secara terperinci dari prosedur penelitian yang dilakukan.

III.4.1 Pembuatan Larutan Natrium Karbonat (Na_2CO_3) 0,01 M

1. Ditimbang 1,0600 g padatan natrium karbonat
2. Dilarutkan padatan dengan menggunakan air demin secukupnya pada gelas piala 250 ml hingga homogen.
3. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 1000 ml, lakukan pembilasan dengan air demin.
4. Tambahkan air demin sampai tanda batas.

III.4.2 Pembuatan Larutan Natrium Bikarbonat (NaHCO_3) 0,01 M

1. Ditimbang 0,8400 g padatan natrium bikarbonat
2. Padatan dilarutkan dengan menggunakan air demin secukupnya pada gelas piala 250 ml hingga homogen.
3. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 1000 ml, lakukan pembilasan dengan air demin.
4. Ditambahkan air demin sampai tanda batas.

III.4.3 Pembuatan Larutan Kalsium Klorida (CaCl_2) 0,01 M

1. Ditimbang 1,4700 g padatan kalsium klorida
2. Padatan dilarutkan dengan menggunakan air demin secukupnya pada gelas piala 250 ml hingga homogen.



3. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 1000 ml, lakukan pembilasan dengan air demin.
4. Ditambahkan air demin sampai tanda batas.

III.4.4 Pembuatan Larutan EDTA 0,01 M

1. Ditimbang kristal titriplex III ($C_{10}H_{14}Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) 4,000 g.
2. Dilarutkan dengan air demin hingga homogen.
3. Larutan dipindahkan ke dalam labu takar 1000 ml, kemudian ditambahkan air demin sampai tanda batas.

III.4.5 Pembuatan Larutan Standar $CaCO_3$ 0,01 M

1. Ditimbang 0,500 gram $CaCO_3$ murni (yang sudah dioven selama ± 1 jam pada suhu $105^\circ C$).
2. Ditambahkan HCl pekat tetes demi tetes sampai $CaCO_3$ larut sempurna.
3. Ditambahkan air demin 100 mL, panaskan hingga mendidih.
4. Dimasukkan ke labu takar 1 liter dan bilas dengan air demin.
5. Ditambahkan NaOH 0,1 N untuk menetralkan hingga pH 7-8 dengan menggunakan indikator *phenolftalein* (perubahan warna: tidak berwarna menjadi merah muda).
6. Ditambahkan air demin sampai tanda batas.

III.4.6 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M

1. Dipipet 5 mL larutan HCl pekat ke dalam labu takar 500 mL yang sudah berisi air demin.
2. Ditambahkan air demin sampai batas tera pada labu takar.
3. Ditambahkan air demin sampai tanda batas.

III.4.7 Pembuatan Larutan Buffer pH 10

1. Ditimbang 0,616 gram $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.
2. Ditimbang 0,930 gram Tritron B atau Titriplex III.
3. Keduanya di campur ke dalam gelas ukur dan dilarutkan dengan 25 mL aquades.



4. Ditimbang 67,500 gram NH_4Cl dan larutkan dengan 100 mL aquades.
5. Kedua larutan di campur dalam labu takar 1 liter dan ditambahkan 798 ml amonia 25%, lalu ditera dengan air demin sampai tanda batas tera kemudian dikocok agar homogen.

III.4.8 Pembuatan Larutan Indikator Erio Black-T (EBT) 0,5%

1. Timbang 4,500 gram Hydroxilamin-HCl.
2. Timbang 0,500 gram Erio Black-T.
3. Campurkan keduanya dan larutkan dengan etanol dalam labu takar 100 mL, kemudian ditera sampai tanda batas tera. Kocok hingga homogen.

III.5 PROSEDUR PENGUJIAN DENGAN VARIASI pH, WAKTU MAGNETISASI, DAN SUHU

III.5.1. Variasi pH Larutan

1. Ukur pH awal larutan natrium karbonat sebelum diuji.
2. Pipet 10 mL larutan natrium karbonat (Na_2CO_3) 0,01 M ke dalam tabung presipitasi lalu dimagnetisasi selama 30 menit. Larutan kalsium klorida (CaCl_2) 0,01 M ditambahkan ke dalam larutan natrium karbonat 0,01 M yang telah dimagnetisasi tersebut.
3. Setelah tercapai waktu presipitasi (5, 10, 30, 60, 120, 360, dan 1440 menit), larutan dalam tabung presipitasi di tuang ke dalam erlenmeyer 250 mL, lalu di titrasi dengan larutan EDTA 0,1 M.
4. Tabung presipitasi kosong didiamkan dengan keadaan terbalik selama 5 menit.
5. Setelah 5 menit, endapan pada tabung presipitasi dilarutkan dengan 20 mL larutan HCl 0,1 M.
6. Tabung dipanaskan pada *waterbath* selama 20 menit dengan suhu 50 °C. Kemudian larutan dari tabung tersebut didinginkan pada suhu kamar, lalu dituang ke dalam erlenmeyer 250 mL dan dititrasi dengan titran larutan EDTA 0,1 M.



7. Untuk sampel non-magnetisasi, dilakukan prosedur yang sama tapi larutan natrium karbonat 0,01 M tidak dimagnetisasi.
8. Diulangi prosedur yang sama untuk variasi pH larutan natrium karbonat 8,8 dan 12,1 dengan penambahan HCl 1,6 dan 0,1 N (untuk pH 12,1) NaOH 4 N (untuk pH 12,1) setelah pengukuran pH awal.

III.5.2. Variasi Waktu Magnetisasi

1. Pipet 10 mL larutan natrium karbonat (Na_2CO_3) 0,01 M ke dalam tabung presipitasi lalu dimagnetisasi selama 10 menit. Larutan kalsium klorida (CaCl_2) 0,01 M ditambahkan ke dalam larutan natrium karbonat 0,01 M yang telah dimagnetisasi tersebut.
2. Setelah tercapai tiap waktu presipitasi (5, 10, 30, 60, 120, 360, dan 1440 menit), larutan dalam tabung presipitasi di tuang ke dalam erlenmeyer 250 mL, lalu titrasi dengan larutan EDTA 0,1 M.
3. Tabung presipitasi kosong didiamkan dengan keadaan terbalik selama 5 menit.
4. Setelah 5 menit, endapan pada tabung presipitasi dilarutkan dengan 20 mL larutan HCl 0,1 M.
5. Tabung dipanaskan pada *waterbath* selama 20 menit dengan suhu 50 °C. Kemudian larutan dari tabung tersebut didinginkan pada suhu kamar, lalu dituang ke dalam erlenmeyer 250 mL dan dititrasi dengan titran larutan EDTA 0,1 M.
6. Untuk sampel non-magnetisasi, dilakukan prosedur yang sama tanpa dimagnetisasi.
7. Diulangi prosedur yang sama dengan variasi waktu magnetisasi 30 dan 60 menit.

III.5.3. Model Larutan NaHCO_3

1. Pipet 10 mL larutan natrium bikarbonat (NaHCO_3) 0,01 M ke dalam tabung presipitasi lalu dimagnetisasi selama 30 menit. Larutan kalsium klorida (CaCl_2) 0,01 M ditambahkan ke dalam larutan natrium karbonat 0,01 M yang telah dimagnetisasi tersebut.



2. Selama proses presipitasi berlangsung, suhu larutan dikondisikan pada $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (dengan menggunakan *waterbath*). Setelah tercapai tiap waktu presipitasi (5, 10, 30, 60, 120 menit, 6 jam, dan 24 jam), larutan dalam tabung presipitasi di tuang ke dalam erlenmeyer 250 mL, lalu titrasi dengan larutan EDTA 0,1 M.
3. Tabung presipitasi kosong dидiamkan dengan keadaan terbalik selama 5 menit.
4. Setelah 5 menit, endapan pada tabung presipitasi dilarutkan dengan 20 mL larutan HCl 0,1 M.
5. Tabung dipanaskan pada *waterbath* selama 20 menit dengan suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Kemudian larutan dari tabung tersebut didinginkan pada suhu kamar, lalu dituang ke dalam erlenmeyer 250 mL dan dititrasi dengan titran larutan EDTA 0,1 M.
6. Untuk sampel non-magnetisasi, dilakukan prosedur yang sama tapi tidak dimagnetisasi.
7. Diulangi prosedur yang sama dengan suhu presipitasi $27\text{ }^{\circ}\text{C}$.

III.6 PROSEDUR ANALISIS

Prosedur saat melakukan analisis dengan metode-metode yang digunakan dalam penelitian ini akan di jelaskan sebagai berikut :

III.6.1 Analisis Presipitasi CaCO_3 Dengan Titrasi Kompleksometri EDTA

Dalam metode ini, larutan EDTA 0,1 M harus distandarisasi untuk mengetahui konsentrasi dari EDTA saat akan digunakan untuk pengukuran sampel larutan percobaan. Prosedur standarisasi dan analisa sampel dilakukan sebagai berikut :

III.6.1.1 Standarisasi Larutan EDTA

1. Pipet 20 mL larutan CaCO_3 ke dalam erlenmeyer 250 mL.
2. Ditambahkan 2 mL larutan buffer pH 10.
3. Ditambahkan 2-3 tetes indikator EBT.
4. Dititrasi dengan titran EDTA 0,1 M.
5. Standarisasi dilakukan seminggu sekali.

III.6.1.2 Analisis Sampel Larutan

1. 20 mL larutan sampel dituang ke dalam Erlenmeyer 250 mL.
2. Ditambahkan 2 mL larutan buffer pH 10 dan 2-3 tetes indikator EBT sehingga larutan menjadi berwarna merah violet / keunguan.
3. Dicatat volume awal titran EDTA 0,1 M di buret, lalu titrasi perlahan-lahan sampai di peroleh perubahan warna larutan menjadi biru kemudian titrasi dihentikan.
4. Dicatat volume akhir titrasi (volume larutan EDTA).
5. Prosedur ini dilakukan pada sampel magnetisasi maupun non-magnetisasi.

III.6.2 Pengukuran pH larutan

1. Disiapkan larutan yang ingin di ukur pH-nya.
2. pH meter yang digunakan untuk pengukuran harus terkalibrasi terlebih dahulu.
3. pH-meter dihidupkan, kemudian elektrodanya dicelupkan ke dalam larutan. Ditunggu sampai nilai pH yang keluar stabil.
4. Nilai pH yang telah stabil kemudian di catat.



Gambar 3.3. pH-meter digital

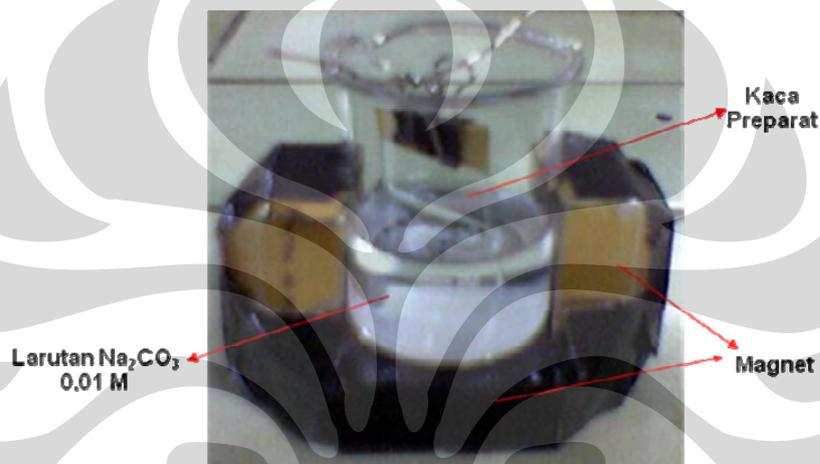
III.6.3 Uji Foto Mikroskopik Dengan SEM

III.6.3.1 Preparasi Contoh Untuk Uji SEM

1. Dipipet larutan natrium karbonat 0,01 sebanyak 10 ml ke dalam *beaker glass* 50 ml.
2. Larutan tersebut kemudian dimagnetisasi selama 30 menit.



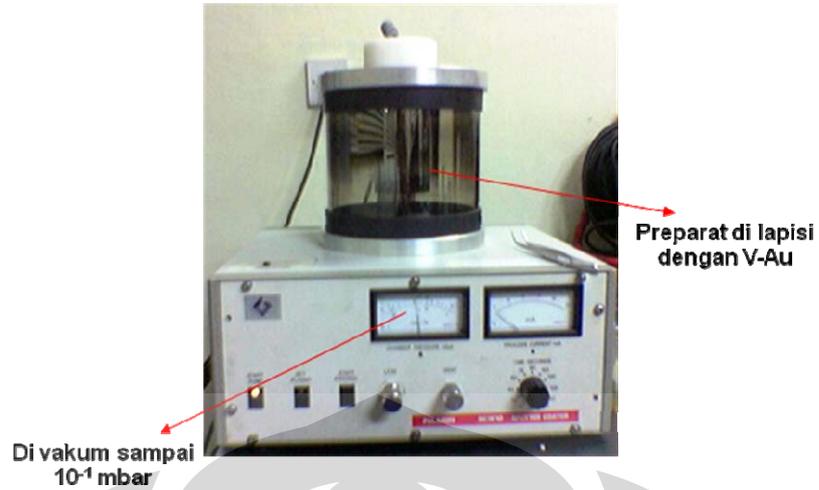
3. Ketika sudah mencapai 30 menit dimagnetisasi, ke dalam larutan tersebut ditambahkan larutan kalsium klorida 0,01 M dan kaca preparat digantung di tengah *beaker glass* selama 120 menit.
4. Setelah presipitasi selama 120 menit, kaca preparat di angkat dari *beaker glass* dan dikeringkan dalam desikator.
5. Deposit yang terbentuk pada kaca preparat di foto dengan menggunakan alat SEM.
6. Prosedur yang sama dilakukan untuk non-magnetisasi.



Gambar 3.4. Alat Magnetisasi Larutan Na_2CO_3 Untuk Uji SEM

III.6.3.2 Uji SEM

1. Kaca preparat yang siap untuk di foto, terlebih dahulu di lapisi dengan VAu (Vanadium-Aurum), pelapisan dilakukan dengan menggunakan alat *Vacuum Rubber Seal*.
2. Kaca preparat divakum dengan alat *Vacuum Rubber Seal* tersebut sampai mencapai tekanan 10 Pa atau 10^{-1} mbar.



Gambar 3.5. *Vacuum Rubber Seal*

3. Kaca preparat tersebut divakumkan kembali di alat SEM selama 30 menit.
4. Setelah semuanya selesai, sampel deposit pada kaca preparat siap untuk di foto dengan mengambil beberapa perbesaran dan posisi.



Gambar 3.6. Seperangkat Alat SEM



III.7 PENGOLAHAN DATA

III.7.1 Standarisasi EDTA 0,01 M

$$[EDTA] = \left(\frac{mCaCO_3}{BMCaCO_3} \right) \times \left(\frac{1000 \text{ ml/l}}{VCaCO_{3\text{standar}}} \right) \times \left(\frac{V_{\text{sampel}}}{V_{EDTA\text{standarisasi}}} \right)$$

Dimana :

$$[EDTA] = \text{Konsentrasi EDTA yang sebenarnya (mol/L)}$$

$$VCaCO_{3\text{standar}} = \text{Volume CaCO}_3 \text{ standar yang di buat atau Volume CaCO}_3 \text{ induk (ml)}$$

$$mCaCO_3 = \text{Massa CaCO}_3 \text{ standar yang di timbang (g)}$$

$$BMCaCO_3 = \text{Berat Molekul CaCO}_3 \text{ (g/mol)}$$

$$V_{EDTA\text{standarisasi}} = \text{Volume EDTA yang dibutuhkan untuk menitar CaCO}_3 \text{ standar (ml)}$$

$$VCaCO_{3\text{sampel}} = \text{Volume standar yang dititar dengan EDTA (ml)}$$

III.7.2 Perhitungan Konsentrasi CaCO₃ Yang Terbentuk Dalam ppm

Rumus ini berlaku pada penentuan CaCO₃ di larutan maupun di deposit.

$$ppm_{CaCO_3} = \frac{[EDTA] \times V_{EDTA} \times BM_{CaCO_3} \times \left(\frac{1000 \text{ mg}}{g} \right)}{V_{CaCl_2}}$$

Dimana :

$$ppm_{CaCO_3} = \text{Konsentrasi CaCO}_3 \text{ yang terbentuk pada proses presipitasi (mg/l)}$$

$$[EDTA] = \text{Konsentrasi EDTA yang telah distandarisasi (mol/l)}$$

$$V_{EDTA} = \text{Volume EDTA yang dibutuhkan untuk menitar larutan contoh (ml)}$$

$$V_{CaCl_2} = \text{Volume CaCl}_2 \text{ yang ditambahkan (ml)}$$

Untuk menentukan presentase presipitasinya, maka digunakan persamaan :

$$\% \text{presipitasi} = \left[\frac{(ppm_{CaCO_3})_{akhir}}{(ppm_{CaCO_3})_{awal}} \right] \times 100\%$$



III.7.3 Perhitungan Jumlah Kristal CaCO_3 dari Foto SEM.

Dari 10 titik hasil uji foto SEM magnetisasi dan non-magnetisasi (titiknya ditentukan secara acak / random) dengan perbesaran yang sama, dilakukan perhitungan secara manual untuk mengetahui jumlah kristal CaCO_3 yang terbentuk dari masing- masing foto tersebut.

Berikut ini adalah cara perhitungan manualnya :

1. Semua hasil uji foto SEM yang akan dilakukan perhitungan dicetak dengan ukuran yang sama untuk tiap fotonya (12,5 x 9,4 cm).
2. Kemudian ukuran kristal dikategorikan menjadi 2, besar dan kecil. Ukuran yang besar jika kristal berukuran > 2 mm, dan kecil jika kristal berukuran ≤ 2 mm
3. Untuk mempermudah perhitungan, dibuat garis yang membelah simetris cetakan hasil foto SEM tersebut.
4. Foto yang telah dihitung jumlah kristalnya, di catat berdasarkan kategorinya.
5. Nilai rata-ratanya dihitung untuk mendapatkan jumlah kristal yang mewakili sampel magnetisasi dan non-magnetisasi.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini, akan di bahas mengenai efek presipitasi CaCO_3 dengan variasi lama magnetisasi, variasi pH untuk melihat spesies ion karbonat yang terpengaruhi oleh medan magnet, model larutan NaHCO_3 , morfologi dan populasi partikel CaCO_3 dari hasil SEM.

Dalam bab ini hanya membahas mengenai hasil yang telah dicapai selama penelitian dan analisisnya. Keterangan lain seperti data, perhitungan, dan pengolahan data ada pada lampiran.

IV.1 VARIASI LAMA MAGNETISASI TERHADAP PRESIPITASI CaCO_3

Magnetisasi dilakukan pada 10 ml larutan Na_2CO_3 0,01 M sebelum dilakukan pencampuran dengan 10 ml larutan CaCl_2 0,01 M (metode ion). Untuk melihat pengaruh lama magnetisasi larutan Na_2CO_3 terhadap proses presipitasi CaCO_3 , maka dilakukan lama magnetisasi : 10, 30, dan 60 menit serta sampel non-magnetisasi. Pengujian dilakukan dengan mengukur kadar Ca^{2+} di larutan campuran ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{CaCl}_2$) menggunakan metode titrasi kompleksometri EDTA. Pada deposit yang terbentuk selama presipitasi, kadar Ca^{2+} juga di ukur dengan titrasi kompleksometri EDTA.

Variasi lama magnetisasi yang dilakukan : 10, 30 dan 60 menit. Untuk pengujian kadar Ca^{2+} dilakukan pada waktu presipitasi : 5, 10, 30, 60, 120, 360, dan 1440 menit.

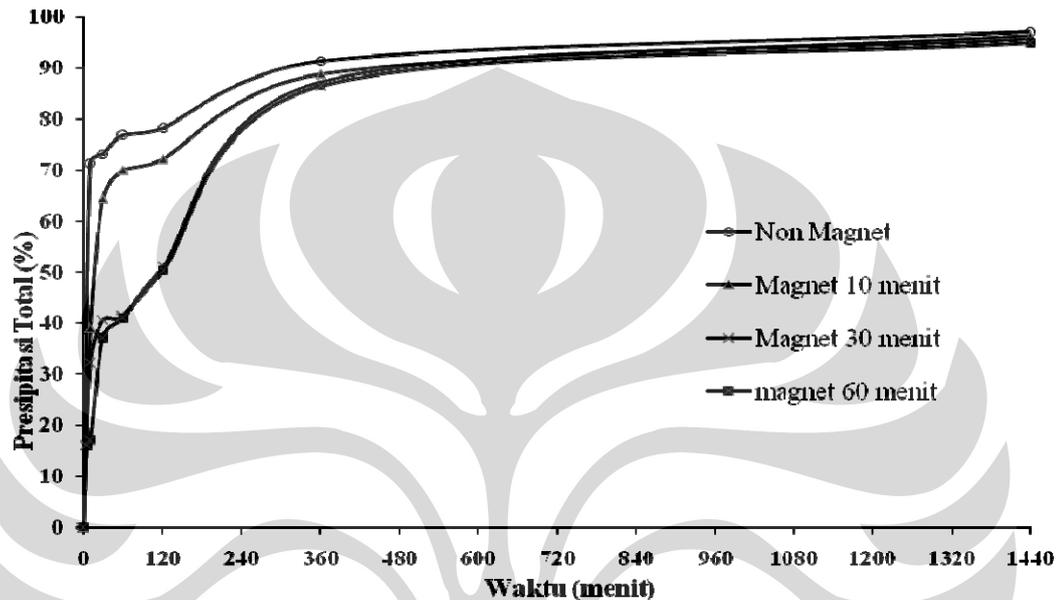
IV.1.1 Presipitasi CaCO_3 Total

Presipitasi total dapat diartikan sebagai presipitasi CaCO_3 yang terjadi baik pada fasa larutan maupun deposit di dalam suatu larutan campuran Na_2CO_3 dan CaCl_2 . Untuk melihat presipitasi total yang terbentuk, maka analisis kandungan Ca^{2+} dilakukan pada larutan. Data persentase presipitasi CaCO_3 total dapat ditentukan dengan mengurangi hasil analisis Ca^{2+} pada waktu presipitasi dan

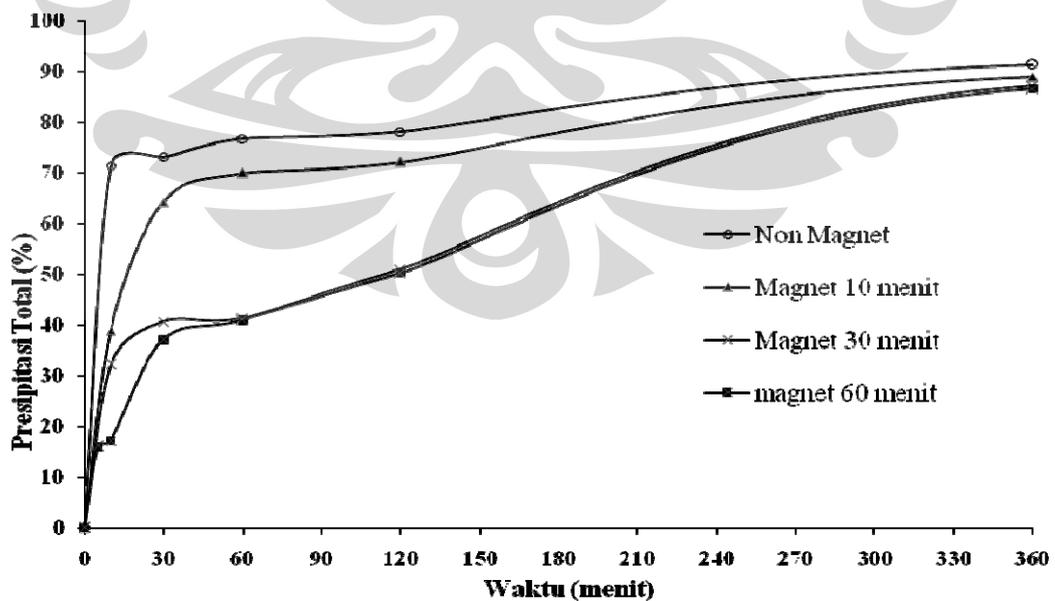


magnetisasi belum terjadi (CaCl_2 0,01 M awal) dengan kandungan Ca^{2+} di larutan yang di analisis (presipitasi: 5, 10, 30, 60, 120, 360, dan 1440 menit).

Gambar 4.1 dan 4.2 berikut ini menggambarkan grafik persentase presipitasi CaCO_3 total untuk waktu magnetisasi 10, 30, dan 60 menit serta sampel non-magnetisasi terhadap waktu presipitasi.



Gambar 4.1 Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO_3 Variasi Waktu Magnetisasi Dengan Waktu Presipitasi 0 Sampai 1440 menit.



Gambar 4.2 Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO_3 Variasi Waktu Magnetisasi Dengan Waktu Presipitasi 0 Sampai 360 menit.



Dari Gambar 4.1 di atas terlihat bahwa presipitasi merupakan fungsi dari waktu, dimana sepanjang waktu presipitasi bertambah maka persentase presipitasi yang terbentuk juga semakin meningkat.

Secara umum, pada 5 sampai 30 menit waktu presipitasi (Gambar 4.2), peningkatan presipitasi sangat tajam (non magnet : 47,35-73,21%, magnetisasi 10 menit : 31,07-64,29%, magnetisasi 30 menit : 21,07-40,71%, dan magnetisasi 60 menit : 16,07-37,14%), artinya laju reaksi pembentukan partikel CaCO_3 sangat cepat pada menit-menit awal (spontan), kemudian pada menit ke-60 (non magnet : 76,79%, magnetisasi 10 menit : 70%, magnetisasi 30 menit : 42,14%, dan magnetisasi 60 menit : 41,07%) laju reaksi sudah mulai melambat yang ditandai dengan mulai melandainya garis pada grafik. Hal ini terjadi karena pada awal reaksi, terjadi proses nukleasi. Proses nukleasi terjadi sangat cepat, ketika inti telah terbentuk proses selanjutnya adalah pembentukan dan pertumbuhan kristal, pada tahapan ini, presipitasi berjalan lambat, oleh karena itulah pada menit ke-60 sampai 1440 reaksi berjalan lambat.

Pada Gambar 4.1, sampel yang tidak dimagnetisasi memiliki persentase presipitasi total yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan semua sampel yang dimagnetisasi, namun pada waktu presipitasi 1440 menit, semua sampel (magnetisasi dan non-magnetisasi) tidak menunjukkan suatu perbedaan yang signifikan yang seakan-akan menuju ke suatu titik kesetimbangan yang sama. Perbedaan yang cukup signifikan antara sampel magnetisasi dan non-magnetisasi sampai pada menit awal presipitasi (terutama pada menit ke-5 dan 10), jelas mengindikasikan bahwa proses magnetisasi menekan laju reaksi pada awal terjadinya reaksi atau dapat dikatakan magnetisasi menekan proses nukleasi presipitasi CaCO_3 . Diduga dengan semakin lamanya waktu magnetisasi maka energi hidrasi ion CO_3^{2-} akan semakin besar dengan adanya medan magnet sehingga ion hidrat menjadi lebih terstruktur dengan baik di sekitar ion CO_3^{2-} dan *adsorbed layer* dari ion CO_3^{2-} menjadi lebih tebal sehingga menghalangi terjadinya ikatan dengan ion Ca^{2+} untuk terpresipitasi [12].

Sampel yang dimagnetisasi selama 60 menit mempunyai penekanan nukleasi presipitasi CaCO_3 yang lebih besar jika dibandingkan dengan magnetisasi 10 dan 30 menit. Jadi, semakin lama magnetisasi dilakukan, maka penekanan



terhadap presipitasi CaCO_3 juga semakin besar. Akan tetapi, dari Gambar 4.2 di atas dapat dilihat untuk sampel magnetisasi 30 dan 60 menit, perbedaan persen presipitasi total tidaklah signifikan, sehingga dengan melakukan magnetisasi selama 30 menit dapat memberikan penekanan presipitasi CaCO_3 yang tidak jauh berbeda dengan 60 menit magnetisasi (rata-rata perbedaan persentase sebesar 3,35%).

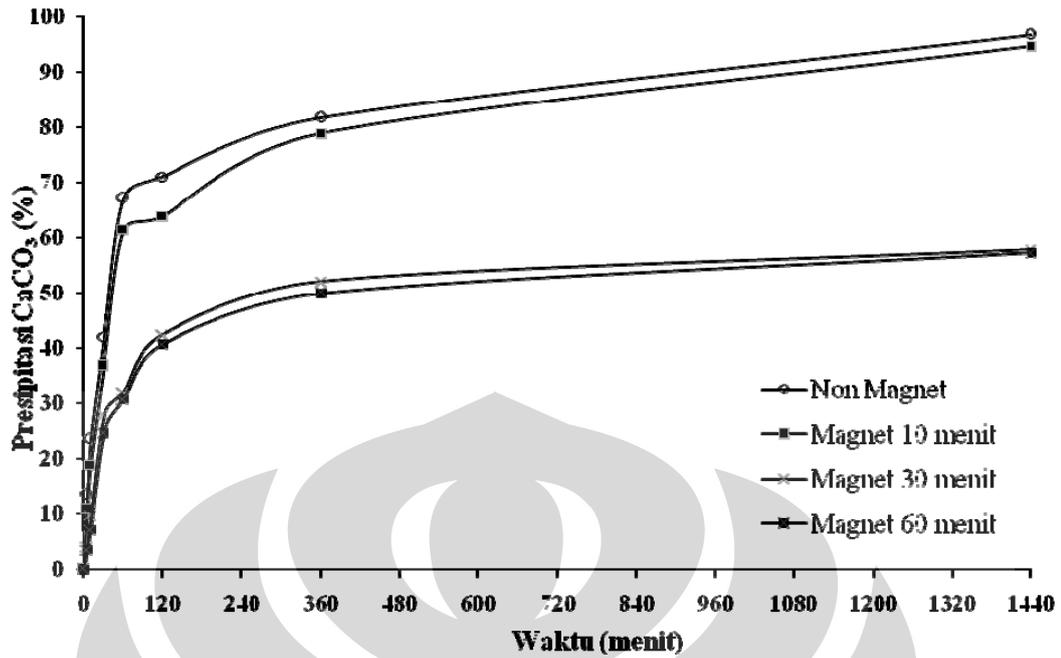
Dalam metode ion, ion – ion termagnetisasi dengan baik, terutama ion CO_3^{2-} sehingga memperbesar energi hidrasi ion CO_3^{2-} dan ion hidrat menjadi lebih terstruktur dengan baik di sekitar ion CO_3^{2-} . Dengan semakin terstrukturnya ion – ion hidrat di sekitar ion CO_3^{2-} maka *adsorbed layer* ion CO_3^{2-} menjadi lebih tebal sehingga menghalangi terjadinya ikatan dengan ion Ca^{2+} membentuk nukleat CaCO_3 atau dengan kata lain magnetisasi menekan laju nukleasi CaCO_3 sehingga jumlah presipitasi CaCO_3 menjadi rendah [12].

Medan magnet dapat menekan laju nukleasi CaCO_3 namun tidak menggeser atau merubah kesetimbangan reaksinya. Hal ini dapat di lihat dari Gambar 4.1 pada menit ke-1440, baik untuk non magnetisasi maupun magnetisasi presipitasi menuju ke suatu titik kesetimbangan yang sama.

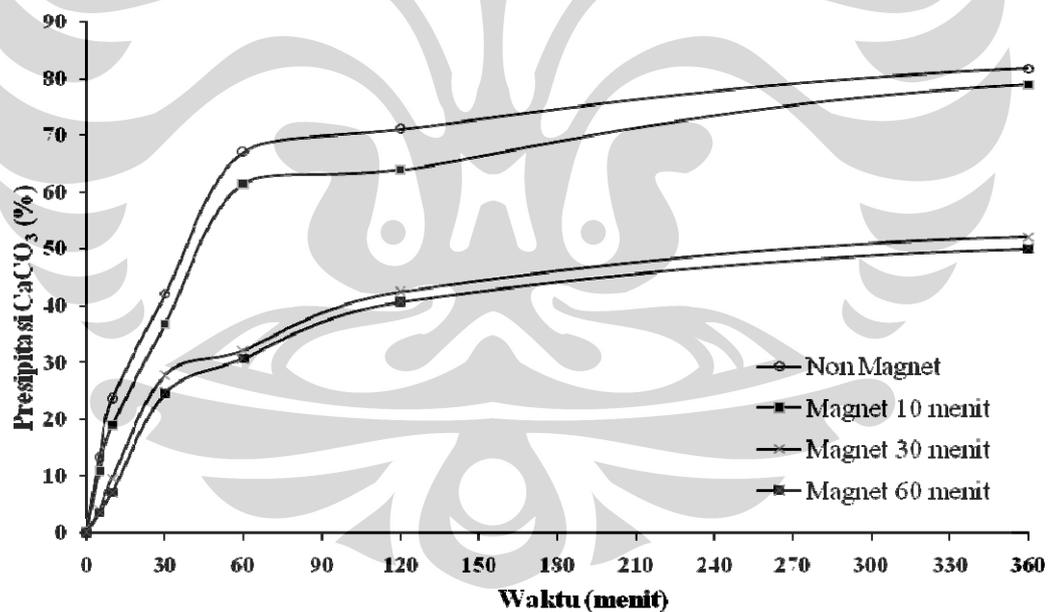
IV.1.2 Presipitasi CaCO_3 di Deposit

Analisis Ca^{2+} di deposit dilakukan dengan terlebih dahulu melarutkan deposit hasil presipitasi dalam tabung reaksi dengan larutan HCl 0,1 N sebanyak 20 ml. Hasil analisisnya itu merupakan jumlah Ca^{2+} yang terpresipitasi menjadi CaCO_3 pada fasa deposit (yang menempel di tabung reaksi) bukan pada fasa larutannya.

Grafik persentase presipitasi di fasa deposit untuk sampel yang dimagnetisasi maupun tidak dimagnetisasi dapat di lihat pada Gambar 4.3 dan 4.4 di bawah ini :



Gambar 4.3 Grafik Persentase Presipitasi CaCO_3 di Deposit Variasi Waktu Magnetisasi Dengan Waktu Presipitasi 0 Sampai 1440 menit



Gambar 4.4 Grafik Persentase Presipitasi CaCO_3 di Deposit Variasi Waktu Magnetisasi Dengan Waktu Presipitasi 0 Sampai 360 menit

Sama halnya dengan presipitasi total, pada presipitasi di deposit untuk sampel non-magnetisasi, persentase presipitasinya lebih besar dibandingkan sampel yang dimagnetisasi. Dari Gambar 4.4, peningkatan secara tajam terjadi



pada menit-menit awal reaksi yaitu pada menit ke-5 sampai 60 (non-magnetisasi : 13,29-67,14%, magnetisasi 10 menit : 10,89-61,43%, magnetisasi 30 menit : 4,11-32,14%, dan magnetisasi 60 menit : 3,57-30,71%) kemudian mulai menurun peningkatannya yang ditandai dengan semakin melandainya garis pada grafik (menit ke-120 sampai 1440).

Pada titik akhir presipitasi 1440 menit (Gambar 4.3) ada perbedaan persentase presipitasi CaCO_3 yang jelas antara sampel non magnet dan magnetisasi 10 menit (non magnet : 96,79% dan magnetisasi 10 menit : 94,64%) dengan magnetisasi 30 menit dan 60 menit (magnetisasi 30 menit : 57,86% dan magnetisasi 60 menit : 57,32%). Hal ini menjelaskan bahwa untuk sampel yang dimagnetisasi 30 dan 60 menit deposit yang terbentuk maksimal pada 1440 menit hanya mencapai 57,86%, sedangkan untuk sampel non magnet bisa mencapai 96,76% yang kemudian diikuti dengan magnetisasi 10 menit pada 94,64%. Pada dasarnya presipitasi di deposit berlangsung sama seperti halnya dengan presipitasi total yaitu menuju ke satu titik kesetimbangan yang sama, perbedaan persen presipitasi deposit yang cukup jauh antara magnetisasi dan non-magnetisasi diduga akibat tidak stabilnya partikel CaCO_3 yang terbentuk karena adanya pengaruh medan magnet. Partikel yang tidak stabil tersebut akan mudah lepas dari dinding tabung reaksi ketika larutannya dipindahkan untuk di analisis, sehingga di saat analisis deposit dilakukan, partikel yang terlepas ke fasa larutan itu tidak tertetapkan.

Efek medan magnet dalam menekan atau menurunkan presipitasi CaCO_3 semakin meningkat dengan semakin lama waktu magnetisasi. Hal ini diperkirakan karena ion CO_3^{2-} dalam larutan akan memiliki energi hidrasi yang cukup besar sehingga semakin terhidrat dengan baik dan mencegah terjadinya presipitasi CaCO_3 [12].

IV.2 VARIASI pH UNTUK MELIHAT SPESIES ION KARBONAT YANG TERPENGARUHI OLEH MEDAN MAGNET.

Pada larutan Na_2CO_3 terdapat kesetimbangan antara spesies ion CO_3^{2-} (karbonat) dengan HCO_3^- (bikarbonat). Besarnya fraksi kedua ion tersebut di dalam larutan dapat di lihat dari nilai pH larutan Na_2CO_3 . Besarnya fraksi ion



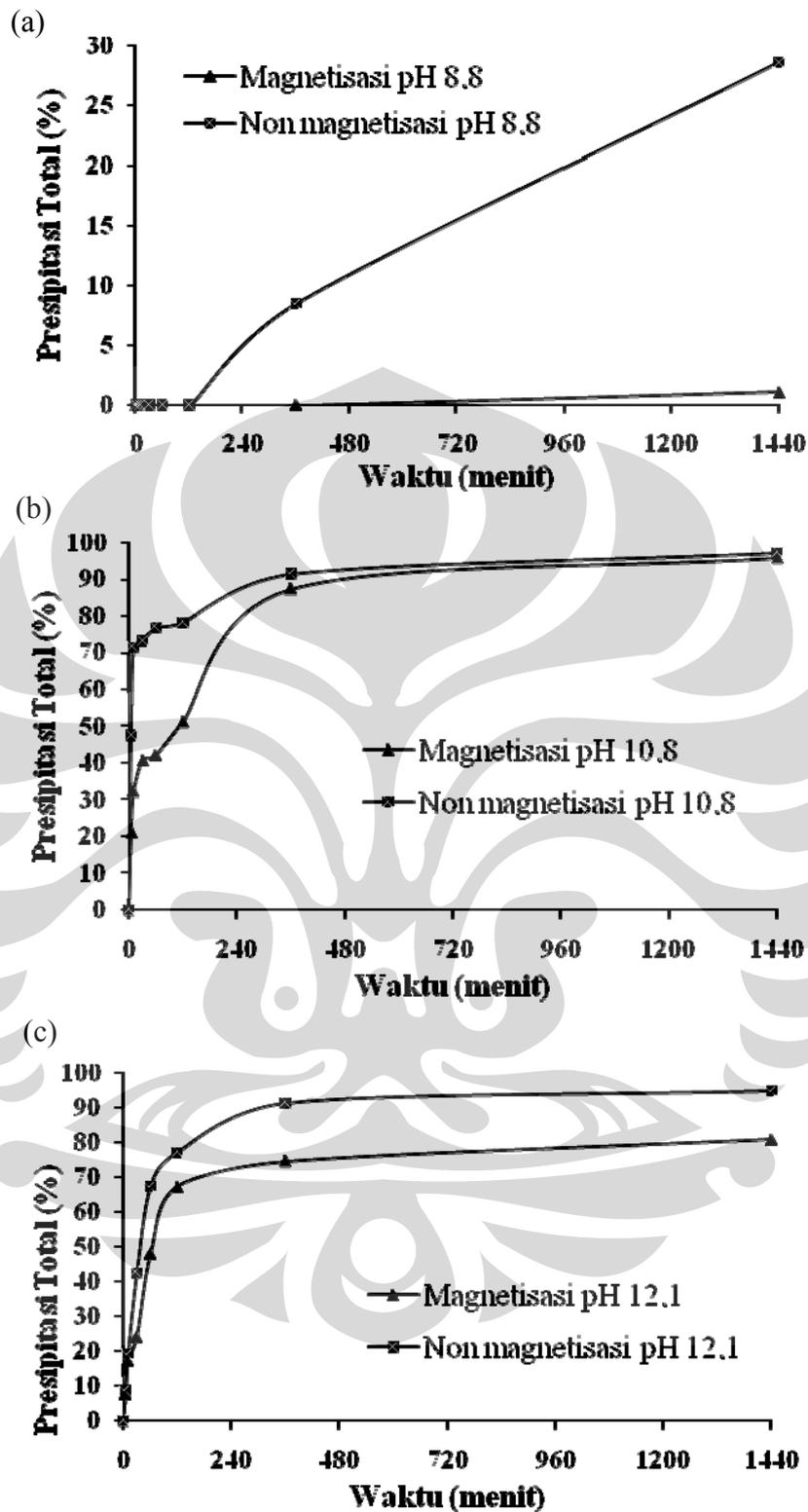
CO_3^{2-} dan HCO_3^- di dalam larutan sebagai fungsi pH dapat di lihat pada Tabel 4.1 berikut ini :

Tabel 4.1 Fraksi ion CO_3^{2-} dan HCO_3^- Berdasarkan Nilai pH Larutan [18]

pH	Fraksi CO_3^{2-}	Fraksi HCO_3^-
8,2	0,00	1,00
9	0,08	0,92
10	0,30	0,70
10,5	0,70	0,30
11	0,88	0,12
12	0,98	0,02
12,5	1,00	0,00

Untuk dapat melihat pengaruh medan magnet terhadap ion karbonat tersebut, maka perlu dilakukan pengaturan harga pH. Variasi pH dilakukan pada nilai pH yang mewakili untuk tiap spesi ion karbonat tersebut. Nilai pH-nya yaitu 8,8; 10,8; dan 12,1. Karena pH larutan Na_2CO_3 0,01 M yang digunakan memiliki harga 10,8, maka untuk variasi pH 8,8 perlu ditambahkan larutan HCl agar pH-nya turun dan penambahan larutan NaOH agar pH-nya naik menjadi 12,1. Hasil *trial* yang telah dilakukan mendapatkan hasil dengan menambahkan 1 tetes HCl 1,6 N dan 5 tetes HCl 0,1 N ke dalam 10 ml larutan Na_2CO_3 0,01 M maka diperoleh nilai pH 8,8. Sedangkan untuk hasil *trial* yang kedua, dengan menambahkan 2 tetes NaOH 4 N ke dalam 10 ml larutan Na_2CO_3 0,01 M maka diperoleh nilai pH 12,1.

Magnetisasi 10 ml larutan Na_2CO_3 0,01 M dilakukan selama 30 menit sebelum dilakukan pencampuran dengan 10 ml larutan CaCl_2 0,01 M untuk proses presipitasi CaCO_3 . Gambar 4.5 berikut ini menggambarkan persentase presipitasi total CaCO_3 untuk pH larutan Na_2CO_3 0,01 M sebesar 8,8; 10,8; dan 12,1.



Gambar 4.5 Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi pH. (a) pH larutan Na_2CO_3 8,8; (b) pH larutan Na_2CO_3 10,8; dan (c) pH larutan Na_2CO_3 12,1.



Dari Gambar 4.5 (a) dapat di lihat bahwa laju presipitasi CaCO_3 sangat lambat, untuk sampel non-magnetisasi presipitasi baru terjadi setelah reaksi berlangsung selama 360 menit dengan presipitasi hanya sebesar 8,45% dan nilainya naik setelah 1440 menit dengan presipitasi sebesar 28,52%. Artinya, tanpa dimagnetisasi saja laju presipitasi memang sudah berjalan sangat lambat. Untuk sampel yang dimagnetisasi selama 30 menit, presipitasi baru terjadi ketika reaksi berlangsung selama 1440 menit dan besarnya presipitasi hanya 1,06%. Pada larutan karbonat 8,8, spesi ion dominan adalah HCO_3^- (95%), berdasarkan Tabel 2.1 reaksi pembentukan CaCO_3 yang berasal dari ion HCO_3^- dan Ca^{2+} merupakan reaksi yang lambat. Pada sistem ini, magnetisasi menekan presipitasi sebesar 8,45% pada waktu 360 menit dan 27,46% pada 1440 menit.

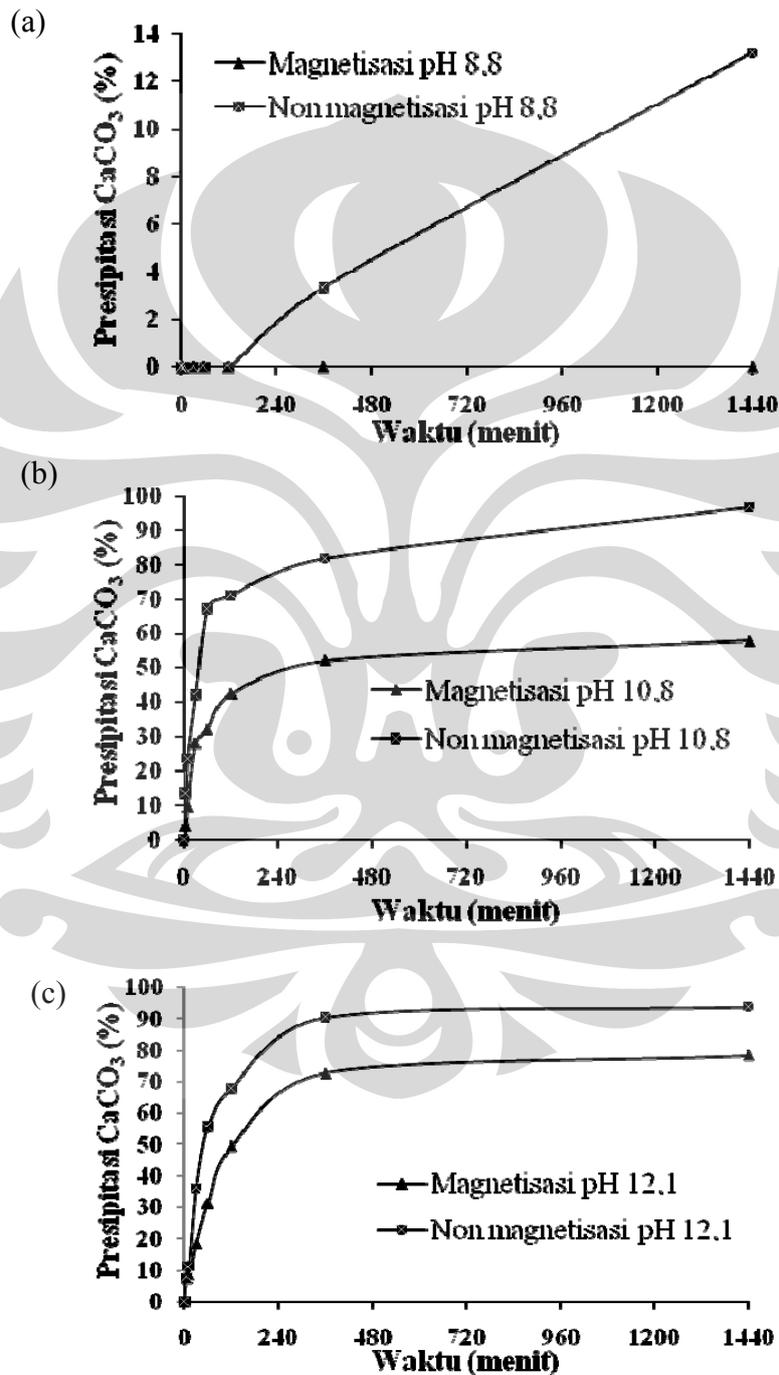
Untuk pH 10,8 spesi ion HCO_3^- sebesar 18% dan CO_3^{2-} 88%. Dari Gambar 4.5 (b) terlihat untuk pH 10,8 laju presipitasi berlangsung sangat cepat pada awal reaksi. Bahkan di menit ke-5 presipitasi sudah terjadi 47,5% untuk non-magnetisasi dan 27,05% untuk magnetisasi. Penurunan laju presipitasi baru terjadi setelah 120 menit reaksi berlangsung. Magnetisasi cukup efektif menekan laju nukleasi presipitasi CaCO_3 , walaupun pada akhirnya presipitasi totalnya mendekati sampel non-magnetisasi (97,14%) karena sudah mencapai kesetimbangan.

Secara umum untuk pH 12,1 laju presipitasi totalnya lebih rendah jika dibandingkan dengan pH 10,8. Misalnya saja pada 5 menit pertama, untuk sampel non-magnetisasi pH 10,8 presipitasinya 47,5% sedangkan pH 12,1 hanya 8,71%. Hal ini menandakan penambahan nilai pH larutan Na_2CO_3 menurunkan laju presipitasinya. Efektifitas magnetisasi pada pH 12,1 (untuk presipitasi total) lebih besar jika dibandingkan dengan pH 10,8. Dari Gambar 4.5 (c) dapat terlihat penekanan laju presipitasi total bukan hanya terjadi pada awal reaksi namun berlangsung sampai 1440 menit. Pada 1440 menit magnetisasi berhasil menekan sebesar 13,93% presipitasi total sedangkan pH 10,8 hanya 1,43% saja. Untuk sampel magnetisasi, reaksi presipitasi CaCO_3 belum mencapai kesetimbangan, karena dari Gambar 4.5 (c) terlihat presipitasi pada 1440 menit belum bertemu pada satu titik seperti halnya pada Gambar 4.5 (a). Sehingga presipitasi masih akan berlanjut setelah 1440 menit.



Jadi, medan magnet mempengaruhi ion CO_3^{2-} dan HCO_3^- dalam penekanan pembentukan presipitasi CaCO_3 .

Pada Gambar 4.6 berikut ini akan digambarkan persentase presipitasi CaCO_3 untuk pH larutan Na_2CO_3 0,01 M sebesar 8,8; 10,8; dan 12,1 yang terjadi pada fasa deposit.



Gambar 4.6 Grafik Persentase Presipitasi Deposit CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi pH. (a) pH larutan Na_2CO_3 8,8; (b) pH larutan Na_2CO_3 10,8; dan (c) pH larutan Na_2CO_3 12,1.



Laju presipitasi untuk pH larutan Na_2CO_3 8,8 sangat rendah. Bahkan untuk sampel magnetisasi, sampai 1440 menit reaksi berlangsung belum terbentuk deposit (0%). Jadi presipitasi pada sampel magnetisasi hanya terjadi pada fasa larutan atau dengan kata lain selama 1440 menit belum terjadi pembentukan deposit. Pada Gambar 4.6 (a) terlihat untuk sampel non-magnetisasi selama 1440 menit hanya membentuk deposit sebesar 28,52%, ini artinya magnetisasi berhasil mencegah terjadinya deposit pada 1440 menit sebesar 28,52% untuk pH 8,8.

Berbeda dengan presipitasi totalnya, magnetisasi menekan terbentuknya deposit pada variasi pH 10,8 dari menit ke-5 sampai 1440 menit secara konsisten. Pencegahan terbentuknya deposit sangat efektif dengan adanya magnetisasi. Dari Gambar 4.6 (b), pada 1440 menit reaksi, perbedaan pembentukan deposit antara sampel non-magnetisasi dengan magnetisasi mencapai 38,93%. Reaksi berjalan sangat cepat terjadi pada awal reaksi dan makin menurun seiring dengan kenaikan waktu, karena reaksi semakin mendekati kesetimbangan. Presipitasi pada deposit tidak menuju ke suatu titik kesetimbangan tidak seperti pada presipitasi totalnya (Gambar 4.5 (b)). Pada fasa deposit, partikel CaCO_3 yang terbentuk tidak stabil sehingga ketika dilakukan pemindahan larutan untuk analisis presipitasi total, partikel CaCO_3 yang labil tersebut terbawa ke fasa larutan. Hal inilah yang menyebabkan seolah-olah presipitasi belum mencapai kesetimbangan seperti halnya pada presipitasi totalnya.

Untuk pH larutan Na_2CO_3 12,1, karakteristik pembentukan deposit mirip dengan pH 10,8. Dimana deposit yang terbentuk pada magnetisasi lebih kecil dari sampel non-magnetisasinya secara konsisten hingga 1440 menit. Pada harga pH ini komposisi spesi ion CO_3^{2-} dominan terdapat pada larutan yaitu sebesar 98%. Ketika pH larutan dinaikkan menjadi 12,1, artinya kondisi pH isoelektrik kalsit (8,2 – 8,3) semakin jauh tercapai sehingga laju presipitasi pada menit awal akan lebih kecil jika dibandingkan dengan pH 10,8. Kondisi tersebut dapat dilihat dari Gambar 4.6 (b) dan (c), dimana pada menit 30, pada pH 12,1 deposit yang terbentuk baru mencapai 18,47% sedangkan untuk pH 10,8 sebesar 27,86%, dengan kata lain pembentukan deposit pada pH 10,8 lebih besar 9,39% dibandingkan pH 12,1. Kondisi akhir dari presipitasi CaCO_3 magnetisasi tidak

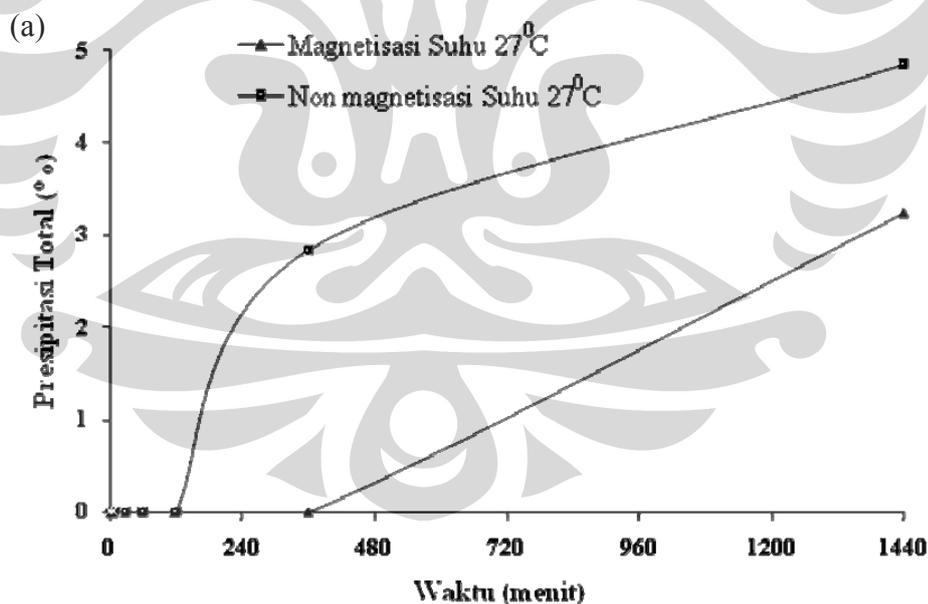


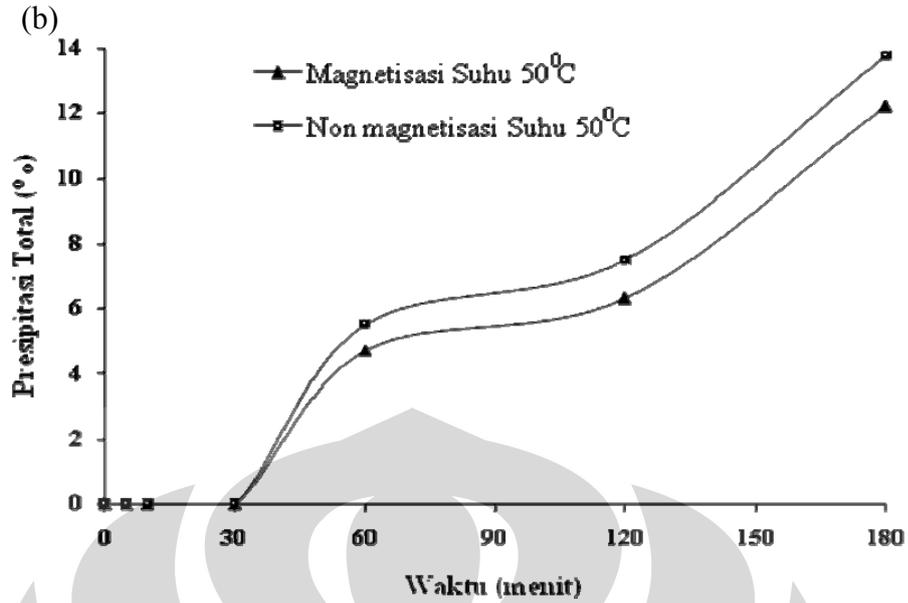
mencapai kesetimbangan karena dari Gambar 4.5 (c) (presipitasi total) kondisi kesetimbangan juga belum tercapai.

IV.3 MODEL LARUTAN NaHCO_3

Untuk bagian ini, larutan yang digunakan adalah NaHCO_3 0,01 M sebagai pengganti Na_2CO_3 . Larutan NaHCO_3 0,01 M digunakan karena presipitasi akan berlangsung lambat jika menggunakan larutan ini, sehingga lebih mendekati proses pembentukan kerak sesungguhnya. Selain itu, NaHCO_3 juga memiliki nilai pH sebesar 8,8. Fraksi HCO_3^- pada larutan sebesar 95% dan CO_3^{2-} 5% untuk nilai pH 8,8 [18]. Artinya pada harga pH tersebut ion yang ada dalam larutan didominasi oleh HCO_3^- bukan CO_3^{2-} , maka dari itulah presipitasi berlangsung lambat. Jadi model larutan NaHCO_3 digunakan untuk lebih memperjelas pengaruh medan magnet terhadap ion HCO_3^- dalam proses pembentukan partikel CaCO_3

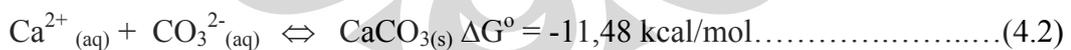
Untuk sampel magnetisasi, waktu magnetisasinya dilakukan selama 30 menit.





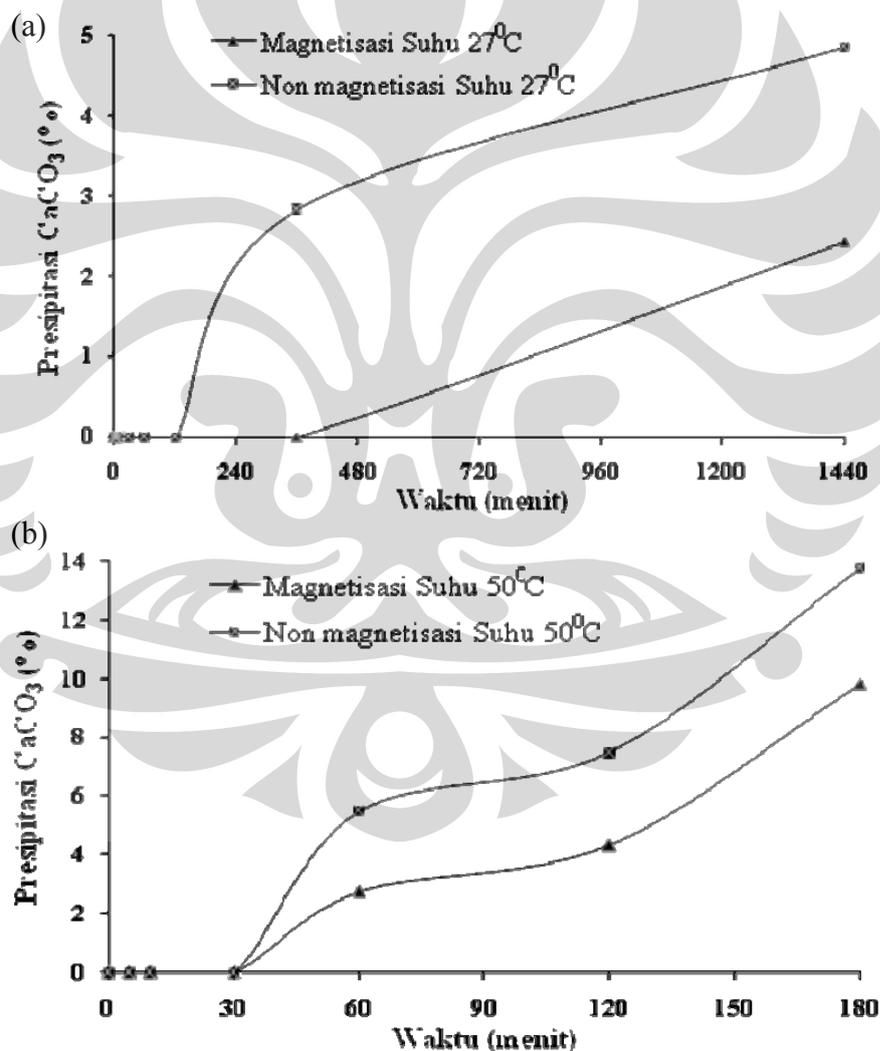
Gambar 4.7 Grafik Persentase Presipitasi Total CaCO₃ di Deposit Dengan Variasi Suhu Presipitasi. (a) Suhu 27 °C (b) Suhu 50 °C.

Lambatnya reaksi presipitasi yang terjadi, karena reaksi pembentukan CaCO₃ yang berasal dari HCO₃⁻ dan Ca²⁺ memiliki ΔG^o sebesar -5,88 kcal/mol yang nilainya lebih kecil dibandingkan dengan reaksi pembentukan CaCO₃ yang berasal dari CO₃²⁻ dan Ca²⁺ dengan ΔG^o sebesar -11,48 kcal/mol. Semakin besar -ΔG^o dari suatu reaksi, maka reaksi tersebut akan semakin spontan. Jadi, reaksi pembentukan CaCO₃ dari HCO₃⁻ dan Ca²⁺ akan berlangsung lebih lambat jika dibandingkan dengan reaksi pembentukan CaCO₃ dari CO₃²⁻ dan Ca²⁺. Hal ini dapat diperjelas pada reaksi 4.2 dan 4.3 sebagai berikut :



Gambar 4.7 memperlihatkan bahwa semakin meningkatnya suhu dan waktu pengendapan akan meningkatkan presipitasi CaCO₃ total. Terlihat ketika suhu presipitasi 27 °C laju presipitasi sangat lambat, untuk sampel non magnetisasi baru mulai terbentuk presipitasi pada 360 menit reaksi (2,83%), sedangkan untuk sampel magnetisasi presipitasi mulai terjadi pada 1440 menit reaksi (3,24%). Sebaliknya, ketika suhu presipitasi dinaikkan, maka seketika laju

presipitasi menjadi meningkat. Oleh karena itulah agar lebih memperjelas efek medan magnet terhadap ion HCO_3^- maka reaksi perlu dipercepat dengan jalan menaikkan suhu presipitasinya. Gambar 4.7 (b) menunjukkan presipitasi sudah mulai terjadi pada menit ke-60 (non-magnetisasi : 5,51 dan magnetisasi : 4,72%). Artinya dengan kenaikan suhu menjadi 50°C , presipitasi terjadi 5 jam lebih awal dibandingkan pada suhu 27°C . Dari Gambar 4.7 juga terlihat bahwa pada setiap suhu, presipitasi CaCO_3 untuk sampel yang dimagnetisasi selalu lebih rendah dibandingkan sampel yang tidak dimagnetisasi. Jadi, medan magnet mempengaruhi ion HCO_3^- untuk menekan pembentukan partikel CaCO_3 .



Gambar 4.8 Grafik Persentase Presipitasi Deposit CaCO_3 di Deposit Dengan Variasi Suhu Presipitasi. (a) Suhu 27°C (b) Suhu 50°C .



Sama halnya pada presipitasi total, pada presipitasi di fasa deposit, kenaikan suhu juga akan meningkatkan laju pembentukan deposit. Dengan waktu 180 menit reaksi, presipitasi sudah dapat terjadi sebesar 9,84% untuk sampel magnetisasi dan 11,42% untuk non-magnetisasi pada suhu 50 °C.

Pada suhu 50 °C deposit yang terbentuk cukup besar jika dibandingkan dengan fasa larutannya, hal ini dapat dilihat dari Tabel 4.2 berikut ini :

Tabel 4.2 Presipitasi Total, Deposit, dan Larutan Dengan Suhu Presipitasi 50 °C (magnetisasi).

Waktu	Presipitasi Total^(A) (%)	Presipitasi di Deposit^(B) (%)	Presipitasi di Larutan^(A-B) (%)
30	0	0	0
60	4,72	2,76	1,96
120	6,30	4,33	1,97
180	12,20	9,84	2,36

Dari Tabel 4.2 di atas terlihat jelas bahwa presipitasi di larutan lebih kecil dibandingkan dengan di deposit karena pada suhu 40 dan 50 °C jenis kristal yang terbentuk adalah aragonit, vaterit, kalsit namun pada suhu tersebut aragonit dan vaterit bersifat metastabil sehingga akan bertransformasi menjadi kalsit yang menempel di permukaan dengan sangat baik.

Jadi, berdasarkan pada Gambar 4.7 dan 4.8, sudah jelas bahwa medan magnet memiliki efek terhadap ion HCO_3^- dalam menekan pembentukan partikel CaCO_3 . Sehingga pada larutan karbonat, baik ion CO_3^{2-} maupun HCO_3^- keduanya dapat dipengaruhi oleh medan magnet. Hal ini memperkuat hasil variasi pH yang memberikan kesimpulan bahwa medan magnet mempengaruhi larutan karbonat pada pH 8,8.

IV.4 MORFOLOGI DAN POPULASI PARTIKEL CaCO_3 DARI HASIL SEM UNTUK SAMPEL MAGNETISASI DAN NON-MAGNETISASI

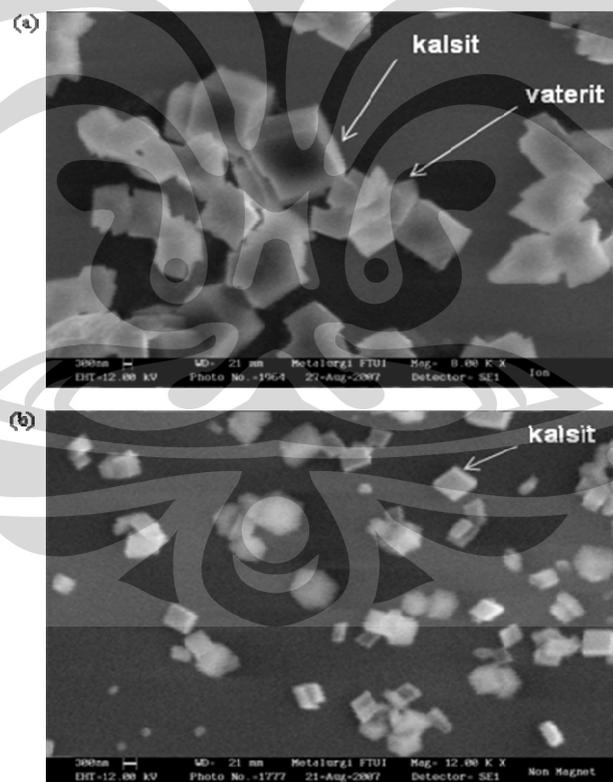
Proses presipitasi menghasilkan sebuah partikel CaCO_3 . Untuk melihat secara detail morfologi dari partikel CaCO_3 yang terbentuk tersebut, maka dilakukan uji foto dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

Media yang digunakan untuk menguji foto yaitu dengan menggunakan kaca preparat, partikel CaCO_3 yang terbentuk akan menempel di preparat selama presipitasi berlangsung. Magnetisasi sampel dilakukan selama 30 menit sebelum presipitasi (sampel magnetisasi) dan presipitasinya dilakukan selama 120 menit.

Dari hasil uji foto SEM tersebut dapat terlihat morfologi partikel CaCO_3 untuk sampel magnetisasi dan non-magnetisasi. Selain itu juga dapat diketahui jumlah partikel CaCO_3 dengan menghitung kristal CaCO_3 pada hasil foto SEM.

IV.4.1 Analisa Morfologi dan Ukuran Partikel CaCO_3

Uji foto SEM dilakukan pada beberapa perbesaran untuk dapat melihat bentuk morfologi partikel CaCO_3 yang terbentuk secara jelas. Dibawah ini merupakan hasil foto SEM dengan perbesaran 8000 kali untuk sampel magnetisasi dan 12000 kali untuk non-magnetisasi.

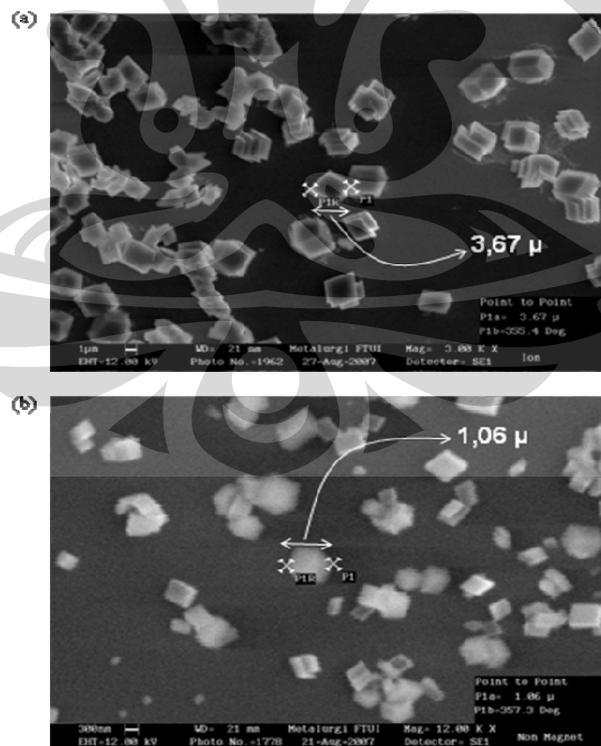


Gambar 4.9 Hasil SEM Partikel CaCO_3 (a). Sampel Magnetisasi Perbesaran 8000 kali
(b). Sampel Non-magnetisasi Perbesaran 12000 kali.

Kristal CaCO_3 mempunyai 3 bentuk kristal yang berbeda, yaitu : kalsit, aragonit, dan vaterit. Menurut Coey [22] dan Kobe [6], identifikasi masing-masing dari ketiga jenis kristal tersebut yaitu kalsit berupa kubus padat, vaterit berbentuk seperti bunga (*flower-like*), sedangkan aragonit berbentuk seperti kumpulan jarum.

Secara umum jenis kristal CaCO_3 yang terbentuk setelah 120 menit presipitasi adalah kalsit. Dari Gambar 4.9 (a) pada sampel magnetisasi ditemukan satu jenis kristal vaterit di antara kalsit, sedangkan untuk non-magnetisasi tidak ditemukan kristal jenis vaterit. Hal ini menandakan bahwa magnetisasi menekan pertumbuhan kristal kalsit. Kalsit merupakan jenis kristal *hardscale* yang sulit untuk dihilangkan jika sudah menempel pada sistem perpipaan, berbeda dengan aragonit dan vaterit yang merupakan kristal yang digolongkan sebagai *softscale* yang mudah untuk dihilangkan.

Gambar 4.10 di bawah ini merupakan hasil foto SEM yang memperlihatkan ukuran partikel yang terbentuk untuk sampel magnetisasi dan non-magnetisasi.



Gambar 4.10 Hasil SEM Partikel CaCO_3 (a). Sampel Magnetisasi Perbesaran 3000 kali (b). Sampel Non-magnetisasi Perbesaran 12000 kali.

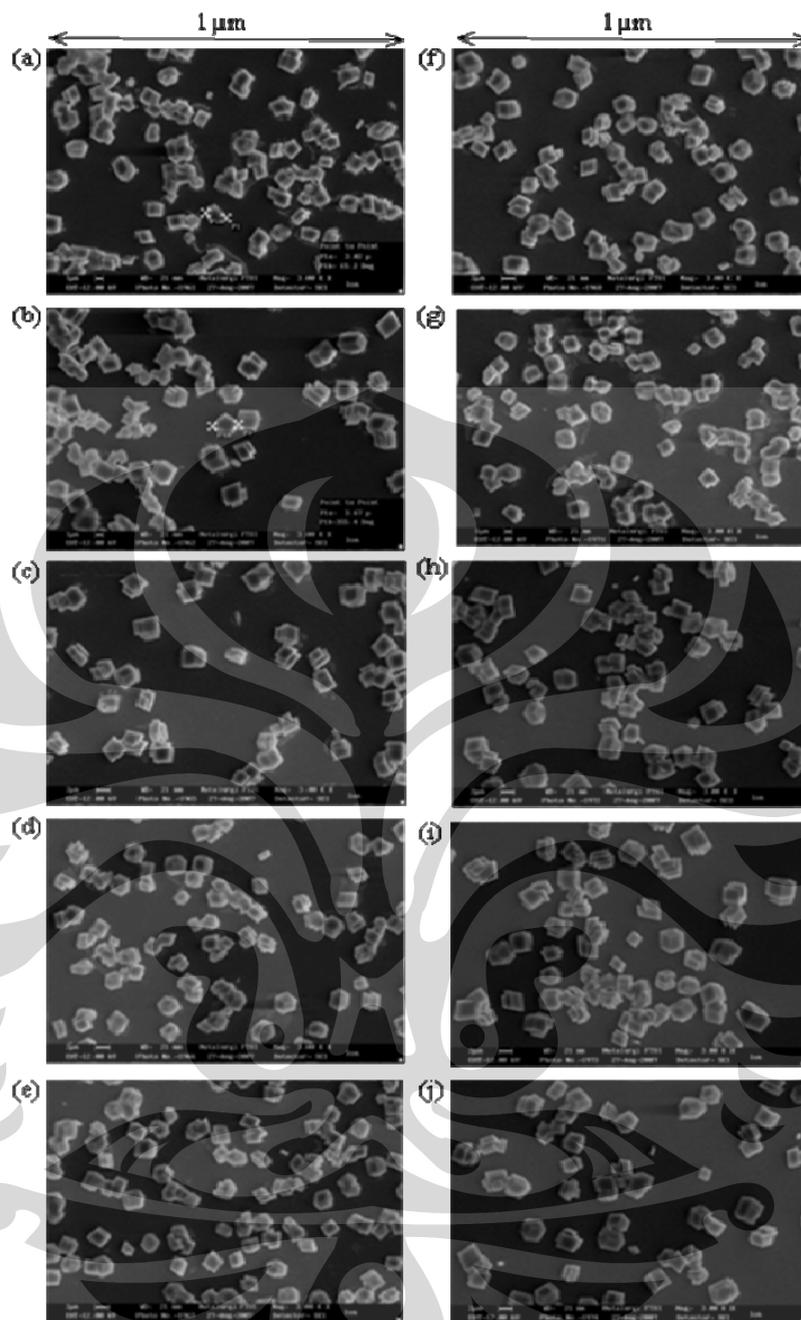


Terlihat dari Gambar 4.10 di atas, ukuran kristal CaCO_3 untuk sampel magnetisasi ($3,67 \mu$) tiga setengah kali lebih besar dibandingkan non-magnetisasi ($1,06 \mu$). Dengan kata lain, pada waktu pengendapan yang sama, (120 menit) sampel non-magnetisasi memiliki ukuran kristal CaCO_3 yang lebih kecil dibandingkan magnetisasi.

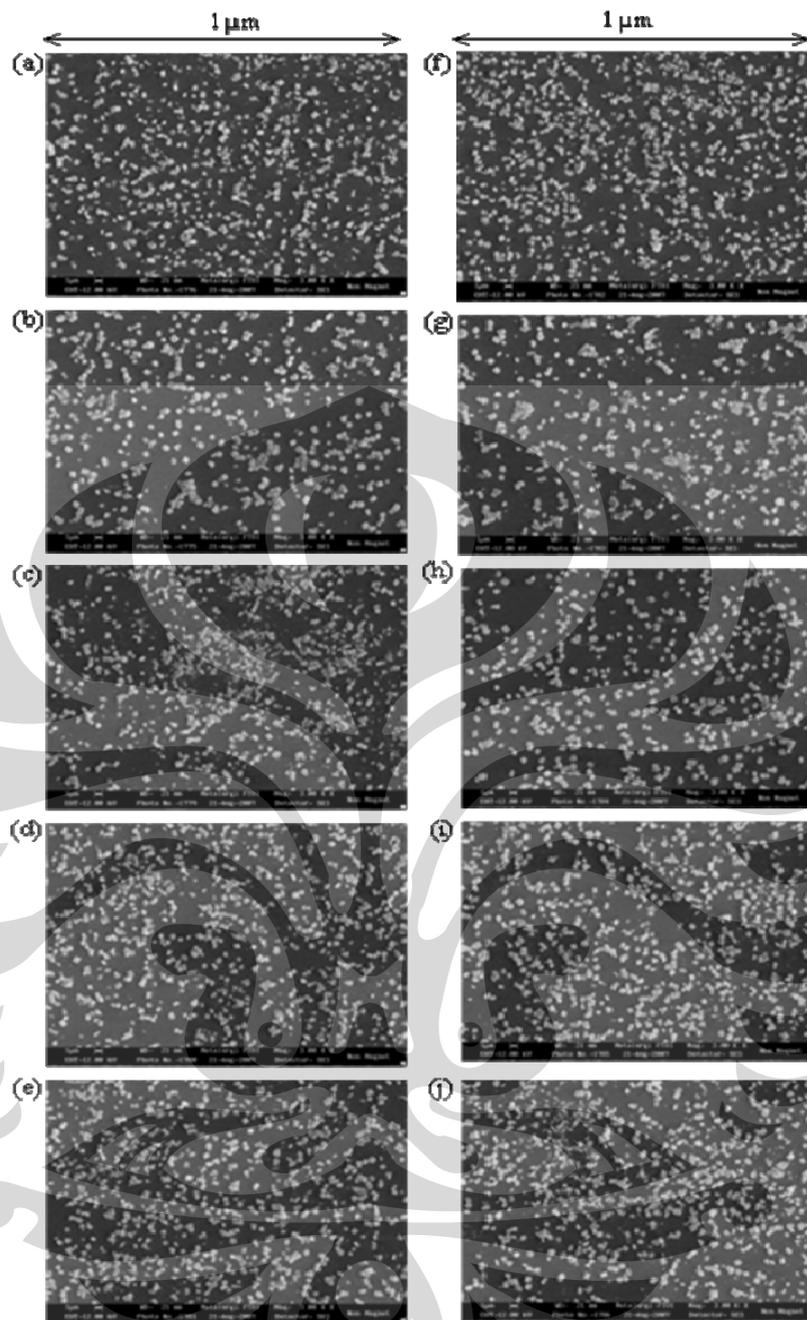
Fenomena di atas (ukuran kristal CaCO_3 yang lebih besar pada sampel yang dimagnet) disebabkan oleh medan magnet yang menekan pembentukan CaCO_3 (*suppressed CaCO_3 formation*), namun mempercepat pertumbuhan kristal (*accelerated crystal growth*). Hal ini sesuai dengan hipotesis yang diajukan oleh Higashitani [3]. Sehingga pada sampel yang dimagnetisasi ukuran kristalnya (pada sampel yang dimagnet) akan lebih besar daripada sampel yang tidak dimagnet.

IV.4.2 Populasi dan Jumlah Partikel CaCO_3 Berdasarkan Hasil SEM

Uji SEM yang telah dilakukan dapat juga menghasilkan sebuah data yang kuantitatif mengenai jumlah partikel yang terbentuk dengan cara menghitung jumlah kristal pada hasil foto tersebut. Foto dilakukan pada 10 titik yang berbeda yang ditentukan secara acak dengan perbesaran yang sama (perbesaran 3000 kali), kemudian dari 10 foto tersebut dihitung kristalnya dan hasilnya dirata-ratakan.



Gambar 4.11 Hasil 10 Titik Foto SEM Partikel CaCO₃ Pada Sampel Magnetisasi 30 Menit Dengan Perbesaran 3000 kali.



Gambar 4.12 Hasil 10 Titik Foto SEM Partikel CaCO_3 Pada Sampel Non-magnetisasi Dengan Perbesaran 3000 kali.

Jumlah kristal dihitung dari 10 titik hasil foto SEM untuk sampel magnetisasi dan non-magnetisasi seperti pada Gambar 4.11 dan 4.12 di atas. Contoh perhitungan ada pada lampiran A dan hasilnya pada lampiran F. Setiap kristal yang dihitung, terlebih dahulu dikategorikan menjadi ukuran yang besar dan kecil, ukuran yang besar jika kristal berukuran $> 2 \mu\text{m}$, dan kecil jika



kristal berukuran ≤ 2 mm (foto dicetak dengan ukuran 12,5 x 9,4 cm). Berikut ini adalah hasil perhitungannya setelah dirata-ratakan dari ke-10 foto tersebut :

Tabel 4.3 Hasil Perhitungan Jumlah Kristal CaCO_3 Dari Hasil Foto SEM Untuk Sampel Magnetisasi dan Non-Magnetisasi Pada Presipitasi Selama 120 Menit.

SISTEM	Besar	Kecil	Jumlah
Magnetisasi 30 menit	77	3	80
Non-Magnetisasi	-	661	661

Jika dilihat secara visual, pada Gambar 4.11 dan 4.12, dengan perbesaran yang sama yaitu 3000 kali, jumlah kristal yang terbentuk lebih banyak pada sistem non-magnetisasi. Berdasarkan Tabel 4.3 di atas, dibuktikan secara kuantitatif, jumlah total kristal CaCO_3 lebih banyak terbentuk pada sampel yang non-magnetisasi (661) dibandingkan magnetisasi (80).

Populasi jumlah kristal yang berukuran besar cenderung terbentuk pada sampel yang dimagnetisasi selama 30 menit yaitu sebanyak 77, walaupun ditemukan juga 3 kristal yang berukuran kecil. Sedangkan pada sampel non-magnetisasi tidak ditemukan ukuran kristal yang besar, atau dengan kata lain semua kristal yang terbentuk berukuran kecil (661 kristal). Kaitan antara ukuran kristal yang besar dan jumlahnya yang kecil merupakan kontribusi dari sebuah efek medan magnet. Dalam hal ini medan magnet menekan pembentukan inti CaCO_3 sehingga jumlah kristal yang terbentuk menjadi cenderung sedikit. Oleh karena itu pertumbuhan kristal menjadi lebih cepat sehingga menyebabkan ukuran kristal menjadi besar.

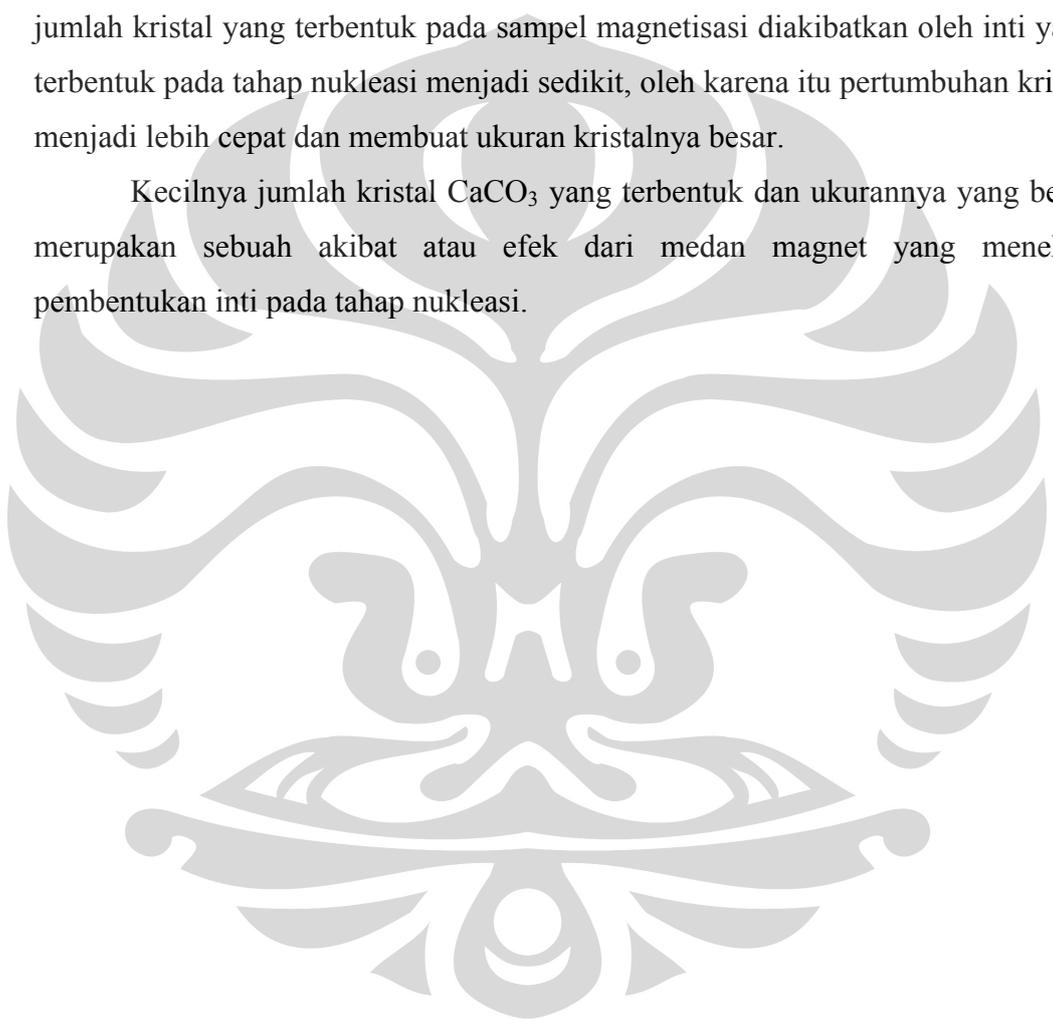
Berdasarkan Tabel 4.3, persentase perbedaan jumlah kristal CaCO_3 untuk sampel magnetisasi dan non-magnetisasi sebesar 87,90%. Jumlah kristal yang besar pada sampel non-magnetisasi ini diperkuat dari hasil analisis dengan metode kompleksometri EDTA untuk fasa deposit pada variasi lama magnetisasi yang telah dilakukan. Dari hasil analisis dengan kompleksometri EDTA disimpulkan bahwa persentase perbedaan jumlah deposit untuk sampel non-magnetisasi dengan magnetisasi yaitu 40,20%. Tentunya dari kedua perlakuan (metode kompleksometri EDTA dan uji foto SEM) tersebut sudah jelas bahwa bahwa



magnetisasi dapat menekan pembentukan deposit CaCO_3 walaupun ukuran kristalnya menjadi lebih besar.

Pada tahap awal presipitasi, terjadi pembentukan inti yang disebut sebagai tahap nukleasi. Dengan adanya suatu medan magnet, jumlah inti yang terbentuk menjadi lebih sedikit dibandingkan dengan presipitasi tanpa adanya medan magnet. Setelah inti terbentuk maka dilanjutkan dengan tahap pembentukan kristal dan kristal tersebut akan tumbuh terus menjadi lebih stabil. Sedikitnya jumlah kristal yang terbentuk pada sampel magnetisasi diakibatkan oleh inti yang terbentuk pada tahap nukleasi menjadi sedikit, oleh karena itu pertumbuhan kristal menjadi lebih cepat dan membuat ukuran kristalnya besar.

Kecilnya jumlah kristal CaCO_3 yang terbentuk dan ukurannya yang besar merupakan sebuah akibat atau efek dari medan magnet yang menekan pembentukan inti pada tahap nukleasi.





BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian mengenai studi kinetika presipitasi dan morfologi partikel CaCO_3 dalam magnet dengan sistem fluida statis maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Hasil pengukuran untuk variasi lama magnetisasi menunjukkan bahwa semakin lama magnetisasi dilakukan maka penekanan laju presipitasi CaCO_3 akan semakin tinggi baik di fasa larutan maupun deposit. Lama magnetisasi 30 menit merupakan waktu yang optimal untuk penekanan laju presipitasi CaCO_3 .
2. Penurunan harga pH larutan Na_2CO_3 dari 10,8 menjadi 8,8 mengakibatkan laju presipitasi CaCO_3 menjadi lambat, presipitasi baru terjadi setelah 120 menit untuk non-magnetisasi dan 360 menit untuk magnetisasi.
3. Medan magnet mempengaruhi ion CO_3^{2-} (karbonat) dan HCO_3^- (bikarbonat) dalam menekan presipitasi CaCO_3 .
4. Kristal CaCO_3 yang terbentuk pada fasa deposit baik untuk sampel magnetisasi maupun non magnetisasi berjenis kalsit.
5. Magnetisasi membuat ukuran kristal CaCO_3 yang terbentuk menjadi lebih besar dibandingkan dengan non-magnetisasi. Populasi kristal yang berukuran kecil terbentuk pada sampel non magnetisasi.
6. Jumlah kristal pada sampel magnetisasi lebih sedikit dibandingkan non-magnetisasi.
7. Medan magnet tidak menggeser kesetimbangan reaksi presipitasi CaCO_3 .



DAFTAR ACUAN

- [1] Fathi, A., tili M, Gabrielli, C., Maurin, G., Ben Amor, M, Effect of Magnetic water treatment on homogenous precipitation of calcium carbonate. *Water Res.* (2006) .40, 1941-1950.
- [2] Chibowski, E., Lucyna Holysz, Aleksandra Szczes, “Adhesion of in situ precipitated calcium carbonate in the presence and absence of magnetic field in quiescent condition on different solid surface” (2003). *Water Research*, 37, 4685-4692.
- [3] Higashitani, K., A.Kage, S. Katamura, K. Imai, S. Hatade (1993). “Effects of Magnetic Field on the Formation CaCO₃ Particles”. *Journal Of Colloid Interface Science*, 156, 90-95.
- [4] Parsons, S.A.; Wang, L., Judd, S.J.; Stephenson, T., Magnetic Water Treatment of Calcium Carbonatescale-Effect of pH Control; *Water Res.* 31 (1997) 339.
- [5] Gabrielli, C., R. Jouhari, G. Maurin, M. Keddam (2001). “Magnetic Water Treatment for Scale Prevention”. *Water Research*, 35, 3249-3259.
- [6] S. Kobe, G. Draz'ic', P.J. McGuinness, T. Medena (2003).”Control over nano crystallization in turbulent flow in the presence of magnetic fields”. *Materials Science and Engineering, C* 23, 811– 815.
- [7] Sergej Knez, Ciri Pohar (2005). “The magnetic field influence on the polymorph composition of CaCO₃ precipitated from carbonized aqueous solutions”. *Journal of Colloid and Interface Science*, 281, 377–388.
- [8] Y.Wang, A. J. Babchin, L Tt. Cherny, R S. Chow, R P. Sawatzky (1997). “Rapid Onset Of Calcium Carbonate Crytalization Under The Influence Of A Magnetic Field”. *Water Research*, 31, 346-350.
- [9] Abdel-Aal, K. Satoh, K. Sawada., “Study of the adhesion mechanism of CaCO₃ using a combined bulk chemistry/QCM Technique”, (2002), *Journal of Crystal Growth*, 24587–100.



- [10] Ben Amor, M.; Zgolli, D.; Tlili, M.M.; Manzola, A.S., Influence of Water Hardness, Substrate Nature and Temperature on Heterogeneous Calcium Carbonate Nucleation; *Desalination* 166 (2004) 79-84.
- [11] Busch, K.W.; Busch, M.A.; Darling, R.E.; Maggard, S.; Kubala, S.W., Laboratory Studies on Magnetic Water Treatment and Their Relationship To A Possible Mechanism For Scale Reduction, *Trans. IChemE* 75 (1997) 105.
- [12] Higashitani, K.; Oshitani, J., Magnetic Effect on Thickness of Adsorbed Layer in Aqueous Solutions Evaluated Directly by Atomic Force Microscope, *Journal of Colloid and Interface Science* 204, (1998), 861-867.
- [23] Powell Sheppard T., "Water conditioning for industry," (McGraw-Hill International Student Edition, 1954).
- [14] Barret, R.A.; Parsons, S.A., The Influence of Magnetic Fields on Calcium Carbonate Precipitation; *Water Res.* 32 (1998) 609.
- [15] Kney, A.D.; Parsons, S.A., Spectrophotometer-based Study of Magnetic Water Treatment : Assessment of Ionic Vs Surface Mechanism, *Water Research* 40 (2006) 517-524.
- [16] Oshitani, J.; Uehra, R.; Highasitani, K., Magnetic Effect on Electrolyte Solutions in Pulse and Alternating Fields, *Colloid Interface Sci.* 209 (1999) 374.
- [17] Koutsoukos, P. G.; Dalas, E., The Effect of Magnetic Fields on Calcium Carbonate Scale Formation, *J. Cryst. Growth* 96 (1989), 802-806.
- [18] Kemmer, F. N., *The NALCO Water Handbook*, (1988), 2nd Ed, New York : McGraw-Hill Book Company.
- [19] Marcus, Yizhak, "A simple empirical model describing the thermodynamics of hydration of ions of widely varying charges, sizes, and shapes", *Biophysical Chemistry*, (1994) 111-127.
- [20] Harjadi, W., "Ilmu Kimia Analitik Dasar". (1986) Jakarta: PT Gramedia.
- [21] Coey, J.M.D.; Cass, S., Magnetic Water Treatment, *J. Magn. Mater.* 209 (1999) 374.





A. Contoh Perhitungan

- ❖ Perhitungan untuk sampel magnet di titik awal (0 menit) pada variasi pH larutan 10,8

Diketahui :

Volume standarisasi larutan EDTA	= 17,48 ml
Volume sampel	= 20 ml
Volume CaCO ₃ standar induk dibuat dalam BMCaCO ₃	= 500 ml
BMCaCO ₃	= 100 g/mol
CaCO ₃ yang ditimbang untuk pembuatan standar	= 0,5007 g
Konsentrasi EDTA dihitung dengan persamaan :	

$$\begin{aligned} [EDTA] &= \left(\frac{m_{CaCO_3}}{BM_{CaCO_3}} \right) \times \left(\frac{1000 \frac{ml}{l}}{V_{CaCO_3 \text{ standar}}} \right) \times \left(\frac{V_{\text{sampel}}}{V_{EDTA \text{ standarisasi}}} \right) \\ &= \left(\frac{0,5007 \cancel{g}}{\left(\frac{100 \cancel{g}}{\text{mol}} \right)} \right) \times \left(\frac{\left(\frac{1000 \cancel{ml}}{l} \right)}{500 \cancel{ml}} \right) \times \left(\frac{20 \cancel{ml}}{17,48 \cancel{ml}} \right) \\ &= 0,0115 \text{ mol/l} \end{aligned}$$

Sehingga ppm CaCO₃ adalah:

$$V_{EDTA} = 5,6 \text{ ml}$$

$$V_{CaCl_2} = 10 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned} ppm_{CaCO_3} &= \frac{[EDTA] \times V_{EDTA} \times BM_{CaCO_3} \times \left(\frac{1000 \text{ mg}}{g} \right)}{V_{CaCl_2}} \\ &= \frac{\left(\frac{0,0115 \cancel{mol}}{l} \right) \times 5,6 \cancel{ml} \times \left(\frac{100 \cancel{g}}{\cancel{mol}} \right) \times \left(\frac{1000 \cancel{mg}}{\cancel{g}} \right)}{10 \cancel{ml}} \\ &= 644 \frac{\text{mg}}{l} \\ &= 644 \text{ ppm} \end{aligned}$$

- ❖ Perhitungan untuk sampel magnet di titik kedua (5 menit) pada variasi pH larutan 10,8

Diketahui :

Volume standarisasi larutan EDTA	= 17,48 ml
Volume sampel	= 20 ml



Volume CaCO_3 standar induk dibuat dalam = 500 ml
 $\text{BM}_{\text{CaCO}_3}$ = 100 g/mol
 CaCO_3 yang ditimbang untuk pembuatan standar = 0,5007 g

Konsentrasi EDTA-nya sama dengan perhitungan pada titik awal (0 menit), yaitu 0,0115 mol/l

Sehingga ppm CaCO_3 adalah :

$$V_{\text{EDTA}} = 3,86 \text{ ml}$$

$$V_{\text{CaCl}_2} = 10 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned} \text{ppm}_{\text{CaCO}_3} &= \frac{[\text{EDTA}] \times V_{\text{EDTA}} \times \text{BM}_{\text{CaCO}_3} \times \left(\frac{1000 \text{ mg}}{\text{g}} \right)}{V_{\text{CaCl}_2}} \\ &= \frac{\left(\frac{0,0115 \cancel{\text{mol}}}{\cancel{\text{l}}} \right) \times 3,86 \cancel{\text{ml}} \times \left(\frac{100 \cancel{\text{g}}}{\cancel{\text{mol}}} \right) \times \left(\frac{1000 \cancel{\text{mg}}}{\cancel{\text{g}}} \right)}{10 \cancel{\text{ml}}} \\ &= 443,9 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \\ &= 443,9 \text{ ppm} \end{aligned}$$

dan persen presipitasinya adalah :

$$\% \text{presipitasi} = \left[\frac{(\text{ppm}_{\text{CaCO}_3})_{\text{akhir}}}{(\text{ppm}_{\text{CaCO}_3})_{\text{awal}}} \right] \times 100\%$$

$$\% \text{presipitasi} = \left[\frac{(\text{ppm}_{\text{CaCO}_3})_{t=5 \text{ menit}}}{(\text{ppm}_{\text{CaCO}_3})_{t=0 \text{ menit}}} \right] \times 100\%$$

$$\begin{aligned} &= \left[\frac{443,9 \text{ ppm}}{644 \text{ ppm}} \right] \times 100\% \\ &= 68,93\% \end{aligned}$$

- ❖ Perhitungan jumlah Kristal CaCO_3 untuk sampel magnetisasi dan non – magnetisasi dari hasil uji foto SEM.

Sampel magnetisasi (i)

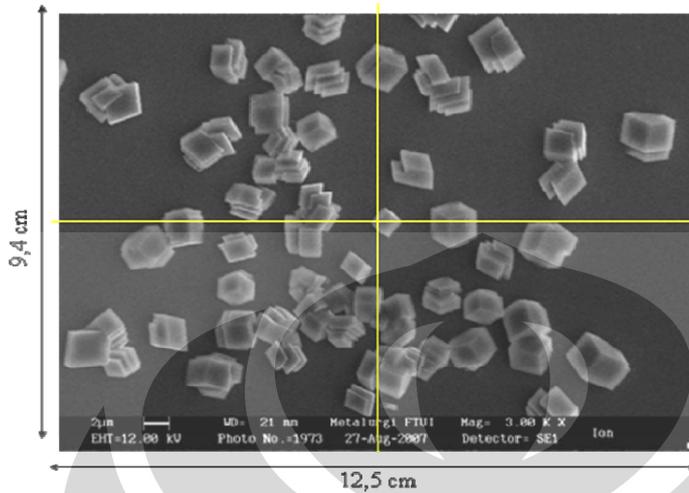


Foto dibagi 4 bagian yang simetris
agar perhitungannya mudah

Hasil Perhitungan :

Besar = 58

Kecil = 0

Sampel non-magnetisasi (h)

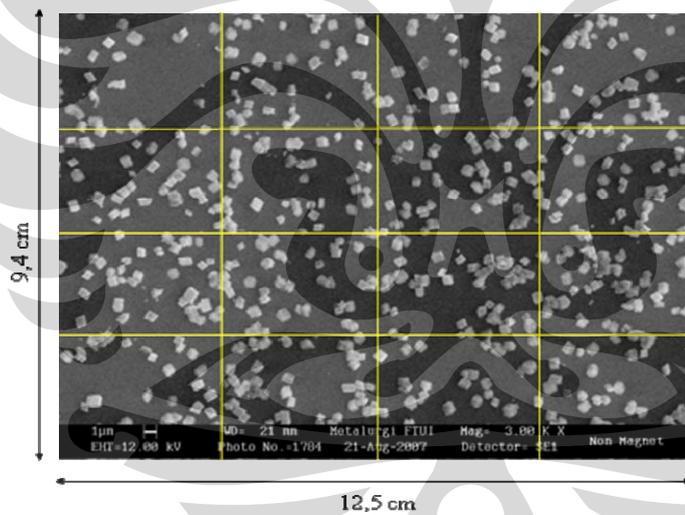


Foto dibagi 16 bagian yang simetris
agar perhitungannya mudah

Hasil Perhitungan :

Besar = 0

Kecil = 523



B. Data Hasil Titrasi Variasi Lama Magnetisasi

Larutan sampel yang digunakan :

- ✓ Na_2CO_3 0,01 M = 10 ml → yang dimagnetisasi
- ✓ CaCl_2 0,01 M = 10 ml

B.1 Magnetisasi 10 Menit

Volume standarisasi larutan EDTA = 17,48 ml

Bobot CaCO_3 standar = 0,5007 g

Volume CaCO_3 standar induk dibuat dalam = 500 ml

❖ Larutan

- Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO_3 (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	3.86	0.011457666	442.2659039	31.07142857
10	3.42	0.011457666	391.8521739	38.92857143
30	2	0.011457666	229.1533181	64.28571429
60	1.68	0.011457666	192.4887872	70
120	1.56	0.011457666	178.7395881	72.14285714
360	0.62	0.011457666	71.0375286	88.92857143
1440	0.2	0.011457666	22.91533181	96.42857143

- Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO_3 (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	2.94	0.011457666	336.8553776	47.5
10	1.6	0.011457666	183.3226545	71.42857143
30	1.5	0.011457666	171.8649886	73.21428571
60	1.3	0.011457666	148.9496568	76.78571429
120	1.22	0.011457666	139.783524	78.21428571
360	0.48	0.011457666	54.99679634	91.42857143
1440	0.16	0.011457666	18.33226545	97.14285714



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.61	0.011457666	69.89176201	10.89285714
10	1.06	0.011457666	121.4512586	18.92857143
30	2.06	0.011457666	236.0279176	36.78571429
60	3.44	0.011457666	394.1437071	61.42857143
120	3.58	0.011457666	410.1844394	63.92857143
360	4.42	0.011457666	506.428833	78.92857143
1440	5.3	0.011457666	607.2562929	94.64285714

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.75	0.011457666	85.93249428	13.39285714
10	1.32	0.011457666	151.2411899	23.57142857
30	2.36	0.011457666	270.4009153	42.14285714
60	3.76	0.011457666	430.808238	67.14285714
120	3.98	0.011457666	456.015103	71.07142857
360	4.58	0.011457666	524.7610984	81.78571429
1440	5.42	0.011457666	621.005492	96.78571429



B.2 Magnetisasi 30 Menit

Volume standarisasi larutan EDTA	= 17,48 ml
Bobot CaCO ₃ standar	= 0,5007 g
Volume CaCO ₃ standar induk dibuat dalam	= 500 ml

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	4.42	0.011457666	506.428833	21.07142857
10	3.8	0.011457666	435.3913043	32.14285714
30	3.32	0.011457666	380.394508	40.71428571
60	3.24	0.011457666	371.2283753	42.14285714
120	2.74	0.011457666	313.9400458	51.07142857
360	0.71	0.011457666	81.34942792	87.32142857
1440	0.24	0.011457666	27.49839817	95.71428571

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	2.94	0.011457666	336.8553776	47.5
10	1.6	0.011457666	183.3226545	71.42857143
30	1.5	0.011457666	171.8649886	73.21428571
60	1.3	0.011457666	148.9496568	76.78571429
120	1.22	0.011457666	139.783524	78.21428571
360	0.48	0.011457666	54.99679634	91.42857143
1440	0.16	0.011457666	18.33226545	97.14285714



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.23	0.011457666	26.35263158	4.107142857
10	0.54	0.011457666	61.87139588	9.642857143
30	1.56	0.011457666	178.7395881	27.85714286
60	1.8	0.011457666	206.2379863	32.14285714
120	2.38	0.011457666	272.6924485	42.5
360	2.92	0.011457666	334.5638444	52.14285714
1440	3.24	0.011457666	371.2283753	57.85714286

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.75	0.011457666	85.93249428	13.39285714
10	1.32	0.011457666	151.2411899	23.57142857
30	2.36	0.011457666	270.4009153	42.14285714
60	3.76	0.011457666	430.808238	67.14285714
120	3.98	0.011457666	456.015103	71.07142857
360	4.58	0.011457666	524.7610984	81.78571429
1440	5.42	0.011457666	621.005492	96.78571429



B.3 Magnetisasi 60 Menit

Volume standarisasi larutan EDTA	= 17,48 ml
Bobot CaCO ₃ standar	= 0,5007 g
Volume CaCO ₃ standar induk dibuat dalam	= 500 ml

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	4.7	0.011457666	538.5102975	16.07142857
10	4.64	0.011457666	531.6356979	17.14285714
30	3.52	0.011457666	403.3098398	37.14285714
60	3.3	0.011457666	378.1029748	41.07142857
120	2.78	0.011457666	318.5231121	50.35714286
360	0.75	0.011457666	85.93249428	86.60714286
1440	0.28	0.011457666	32.08146453	95

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	2.94	0.011457666	336.8553776	47.5
10	1.6	0.011457666	183.3226545	71.42857143
30	1.5	0.011457666	171.8649886	73.21428571
60	1.3	0.011457666	148.9496568	76.78571429
120	1.22	0.011457666	139.783524	78.21428571
360	0.48	0.011457666	54.99679634	91.42857143
1440	0.16	0.011457666	18.33226545	97.14285714



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.2	0.011457666	22.91533181	3.571428571
10	0.4	0.011457666	45.83066362	7.142857143
30	1.38	0.011457666	158.1157895	24.64285714
60	1.72	0.011457666	197.0718535	30.71428571
120	2.28	0.011457666	261.2347826	40.71428571
360	2.8	0.011457666	320.8146453	50
1440	3.21	0.011457666	367.7910755	57.32142857

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.75	0.011457666	85.93249428	13.39285714
10	1.32	0.011457666	151.2411899	23.57142857
30	2.36	0.011457666	270.4009153	42.14285714
60	3.76	0.011457666	430.808238	67.14285714
120	3.98	0.011457666	456.015103	71.07142857
360	4.58	0.011457666	524.7610984	81.78571429
1440	5.42	0.011457666	621.005492	96.78571429



C. Data Hasil Titrasi Variasi pH

Magnetisasi larutan Na_2CO_3 selama 30 menit. Larutan sampel yang digunakan :

Na_2CO_3 0,01 M = 10 ml (yang dimagnetisasi) dan CaCl_2 0,01 M = 10 ml

C.1 Na_2CO_3 0,01 M pH 8,8

Volume standarisasi larutan EDTA = 19,40 ml

Bobot CaCO_3 standar = 0,5007 g (dalam 500 ml)

Penambahan HCl ke dalam 10 ml larutan Na_2CO_3 0,01 M :

HCl 1,6 N = 1 tetes

HCl 0,1 N = 5 tetes

} hasil trial

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO_3 (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.68	0.010323711	586.3868041	0
5	5.68	0.010323711	586.3868041	0
10	5.68	0.010323711	586.3868041	0
30	5.68	0.010323711	586.3868041	0
60	5.68	0.010323711	586.3868041	0
120	5.68	0.010323711	586.3868041	0
360	5.68	0.010323711	586.3868041	0
1440	5.62	0.010323711	580.1925773	1.056338028

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO_3 (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.68	0.010323711	586.3868041	0
5	5.68	0.010323711	586.3868041	0
10	5.68	0.010323711	586.3868041	0
30	5.68	0.010323711	586.3868041	0
60	5.68	0.010323711	586.3868041	0
120	5.68	0.010323711	586.3868041	0
360	5.2	0.010323711	536.8329897	8.450704225
1440	4.06	0.010323711	419.1426804	28.52112676



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.010323711	0	0
5	0	0.010323711	0	0
10	0	0.010323711	0	0
30	0	0.010323711	0	0
60	0	0.010323711	0	0
120	0	0.010323711	0	0
360	0	0.010323711	0	0
1440	0.4	0.010323711	0	0

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.010323711	0	0
5	0	0.010323711	0	0
10	0	0.010323711	0	0
30	0	0.010323711	0	0
60	0	0.010323711	0	0
120	0	0.010323711	0	0
360	0.38	0.010323711	19.61505155	3.345070423
1440	1.5	0.010323711	77.42783505	13.20422535



C.2 Na₂CO₃ 0,01 M pH 10,8

Volume standarisasi larutan EDTA = 17,48 ml

Bobot CaCO₃ standar = 0,5007 g

Volume CaCO₃ standar induk dibuat dalam = 500 ml

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	4.42	0.011457666	506.428833	21.07142857
10	3.8	0.011457666	435.3913043	32.14285714
30	3.32	0.011457666	380.394508	40.71428571
60	3.24	0.011457666	371.2283753	42.14285714
120	2.74	0.011457666	313.9400458	51.07142857
360	0.71	0.011457666	81.34942792	87.32142857
1440	0.24	0.011457666	27.49839817	95.71428571

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.6	0.011457666	641.6292906	0
5	2.94	0.011457666	336.8553776	47.5
10	1.6	0.011457666	183.3226545	71.42857143
30	1.5	0.011457666	171.8649886	73.21428571
60	1.3	0.011457666	148.9496568	76.78571429
120	1.22	0.011457666	139.783524	78.21428571
360	0.48	0.011457666	54.99679634	91.42857143
1440	0.16	0.011457666	18.33226545	97.14285714



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.23	0.011457666	26.35263158	4.107142857
10	0.54	0.011457666	61.87139588	9.642857143
30	1.56	0.011457666	178.7395881	27.85714286
60	1.8	0.011457666	206.2379863	32.14285714
120	2.38	0.011457666	272.6924485	42.5
360	2.92	0.011457666	334.5638444	52.14285714
1440	3.24	0.011457666	371.2283753	57.85714286

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.011457666	0	0
5	0.75	0.011457666	85.93249428	13.39285714
10	1.32	0.011457666	151.2411899	23.57142857
30	2.36	0.011457666	270.4009153	42.14285714
60	3.76	0.011457666	430.808238	67.14285714
120	3.98	0.011457666	456.015103	71.07142857
360	4.58	0.011457666	524.7610984	81.78571429
1440	5.42	0.011457666	621.005492	96.78571429

**C.3 Na₂CO₃ 0,01 M pH 12,1**

Volume standarisasi larutan EDTA = 19,40 ml

Bobot CaCO₃ standar = 0,5007 g

Volume CaCO₃ standar induk dibuat dalam = 500 ml

Penambahan NaOH ke dalam 10 ml larutan Na₂CO₃ 0,01 M :

NaOH 4 N = 2 tetes → hasil trial

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.74	0.010323711	592.5810309	0
5	5.3	0.010323711	547.156701	7.665505226
10	4.74	0.010323711	489.3439175	17.42160279
30	4.36	0.010323711	450.1138144	24.04181185
60	2.98	0.010323711	307.6465979	48.08362369
120	1.88	0.010323711	194.0857732	67.24738676
360	1.46	0.010323711	150.7261856	74.56445993
1440	1.1	0.010323711	113.5608247	80.83623693

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.74	0.010323711	592.5810309	0
5	5.24	0.010323711	540.9624742	8.710801394
10	4.64	0.010323711	479.0202062	19.16376307
30	3.3	0.010323711	340.6824742	42.5087108
60	1.88	0.010323711	194.0857732	67.24738676
120	1.32	0.010323711	136.2729897	77.00348432
360	0.5	0.010323711	51.6185567	91.28919861
1440	0.3	0.010323711	30.97113402	94.77351916



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.01032371	0	0
5	0.42	0.01032371	43.35958763	7.317073171
10	0.48	0.01032371	49.55381443	8.362369338
30	1.06	0.01032371	109.4313402	18.46689895
60	1.8	0.01032371	185.8268041	31.35888502
120	2.84	0.01032371	293.1934021	49.47735192
360	4.18	0.01032371	431.531134	72.82229965
1440	4.5	0.01032371	464.5670103	78.39721254

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.01032371	0	0
5	0.44	0.01032371	45.4243299	7.665505226
10	0.64	0.01032371	66.07175258	11.14982578
30	2.08	0.01032371	214.7331959	36.2369338
60	3.2	0.01032371	330.3587629	55.74912892
120	3.9	0.01032371	402.6247423	67.94425087
360	5.2	0.01032371	536.8329897	90.59233449
1440	5.4	0.01032371	557.4804124	94.07665505



D. Data Hasil Titrasi Variasi Suhu Larutan

Magnetisasi larutan NaHCO_3 selama 30 menit. Larutan sampel yang digunakan :

NaHCO_3 0,01 M = 10 ml (yang dimagnetisasi) dan CaCl_2 0,01 M = 10 ml

D.1 Suhu Larutan 27 °C

Volume standarisasi larutan EDTA = 19,00 ml

Bobot CaCO_3 standar = 0,5007 g

Volume CaCO_3 standar induk dibuat dalam = 500 ml

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO_3 (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	4.94	0.010541053	520.728	0
5	4.94	0.010541053	520.728	0
10	4.94	0.010541053	520.728	0
30	4.94	0.010541053	520.728	0
60	4.94	0.010541053	520.728	0
120	4.94	0.010541053	520.728	0
360	4.94	0.010541053	520.728	0
1440	4.78	0.010541053	503.8623158	3.238866397

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO_3 (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	4.94	0.010541053	520.728	0
5	4.94	0.010541053	520.728	0
10	4.94	0.010541053	520.728	0
30	4.94	0.010541053	520.728	0
60	4.94	0.010541053	520.728	0
120	4.94	0.010541053	520.728	0
360	4.8	0.010541053	505.9705263	2.834008097
1440	4.7	0.010541053	495.4294737	4.858299595



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.010541053	0	0
5	0	0.010541053	0	0
10	0	0.010541053	0	0
30	0	0.010541053	0	0
60	0	0.010541053	0	0
120	0	0.010541053	0	0
360	0	0.010541053	0	0
1440	0.12	0.010541053	12.64926316	2.429149798

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.010541053	0	0
5	0	0.010541053	0	0
10	0	0.010541053	0	0
30	0	0.010541053	0	0
60	0	0.010541053	0	0
120	0	0.010541053	0	0
360	0.1	0.010541053	10.54105263	2.024291498
1440	0.2	0.010541053	21.08210526	4.048582996



D.2 Suhu Larutan 50 °C

Volume standarisasi larutan EDTA = 19,00 ml

Bobot CaCO₃ standar = 0,5007 g

Volume CaCO₃ standar induk dibuat dalam = 500 ml

❖ Larutan

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.08	0.010541053	535.4854737	0
5	5.08	0.010541053	535.4854737	0
10	5.08	0.010541053	535.4854737	0
30	5.08	0.010541053	535.4854737	0
60	4.84	0.010541053	510.1869474	4.724409449
120	4.76	0.010541053	501.7541053	6.299212598
180	4.46	0.010541053	470.1309474	12.20472441

▪ Sampel Non-Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO ₃ (mg/l)	Presipitasi total (%)
0	5.08	0.010541053	535.4854737	0
5	5.08	0.010541053	535.4854737	0
10	5.08	0.010541053	535.4854737	0
30	5.08	0.010541053	535.4854737	0
60	4.8	0.010541053	505.9705263	5.511811024
120	4.7	0.010541053	495.4294737	7.480314961
180	4.38	0.010541053	461.6981053	13.77952756



❖ Deposit

▪ Sampel Magnetisasi

Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.010541053	0	0
5	0	0.010541053	0	0
10	0	0.010541053	0	0
30	0	0.010541053	0	0
60	0.14	0.010541053	14.75747368	2.755905512
120	0.22	0.010541053	23.19031579	4.330708661
180	0.5	0.010541053	52.70526316	9.842519685

▪ Sampel Non-Magnetisasi

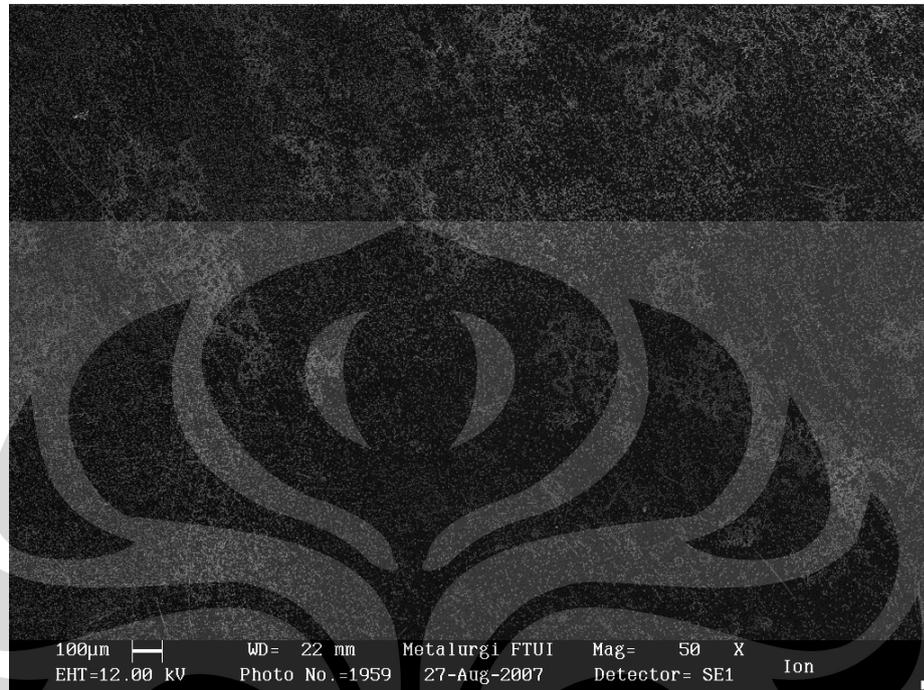
Waktu (menit)	Volume EDTA (ml)	[EDTA] (mol/l)	ppm CaCO₃ (mg/l)	Presipitasi deposit (%)
0	0	0.010541053	0	0
5	0	0.010541053	0	0
10	0	0.010541053	0	0
30	0	0.010541053	0	0
60	0.16	0.010541053	16.86568421	3.149606299
120	0.26	0.010541053	27.40673684	5.118110236
180	0.58	0.010541053	61.13810526	11.41732283



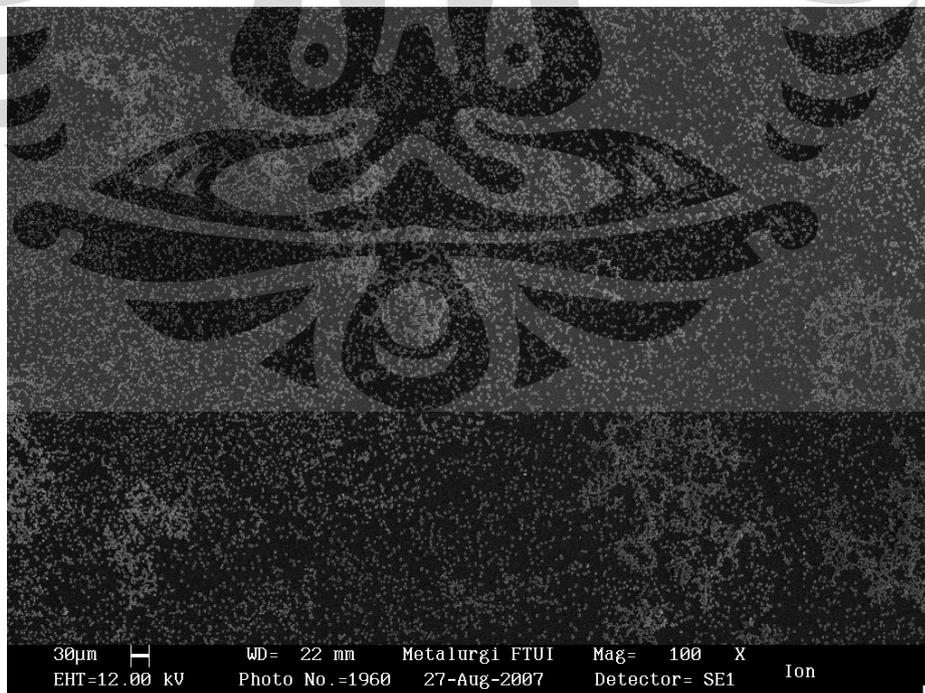
E. Hasil Foto Kristal CaCO_3 Dengan SEM

E.1 Sampel Magnetisasi 120 menit

❖ Perbesaran 50 kali



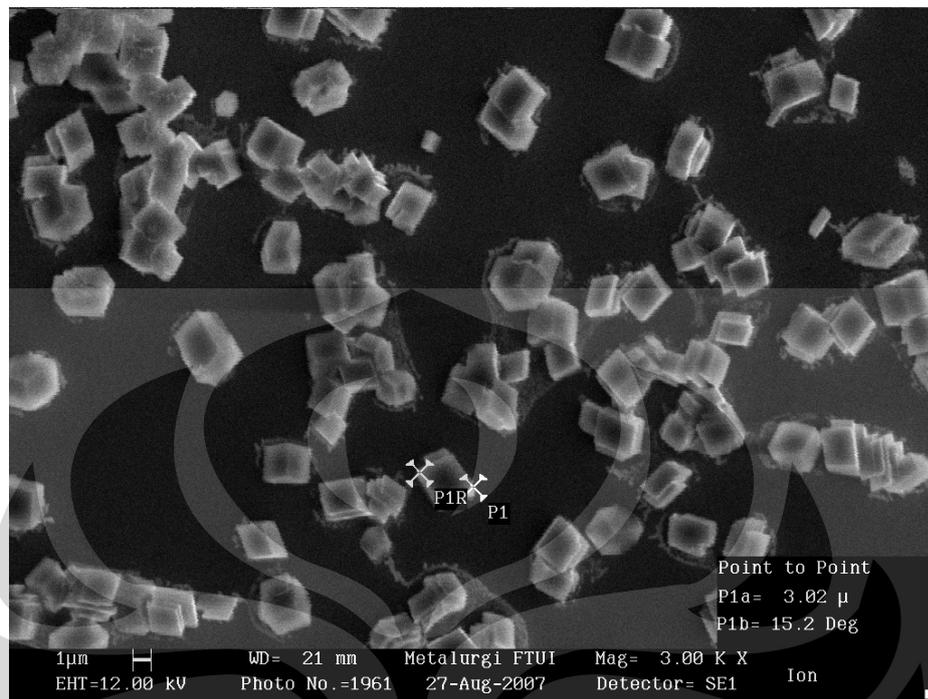
❖ Perbesaran 100 kali



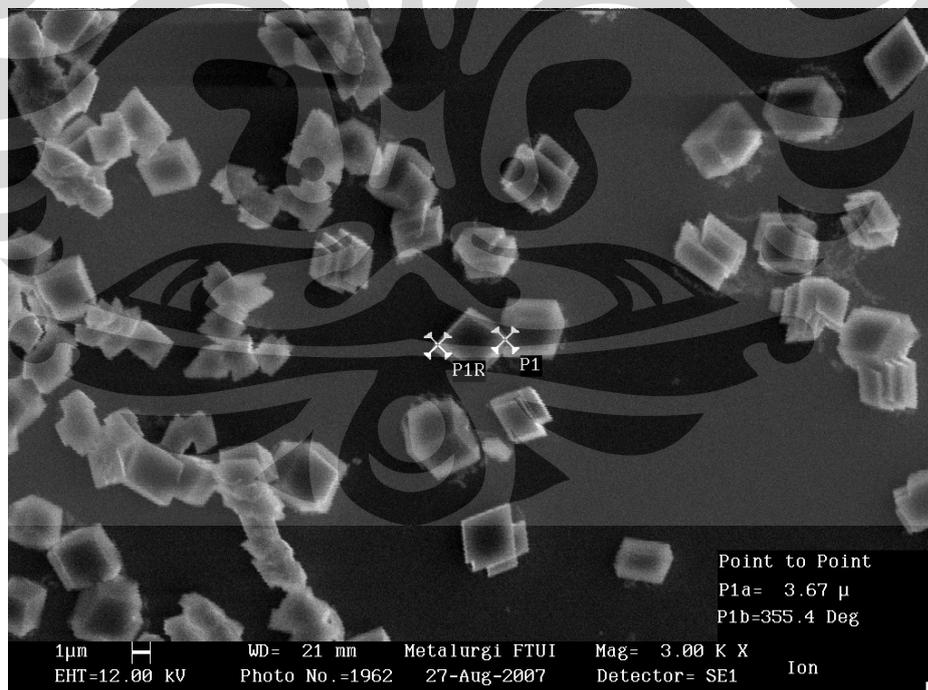
❖ Perbesaran 3000 kali

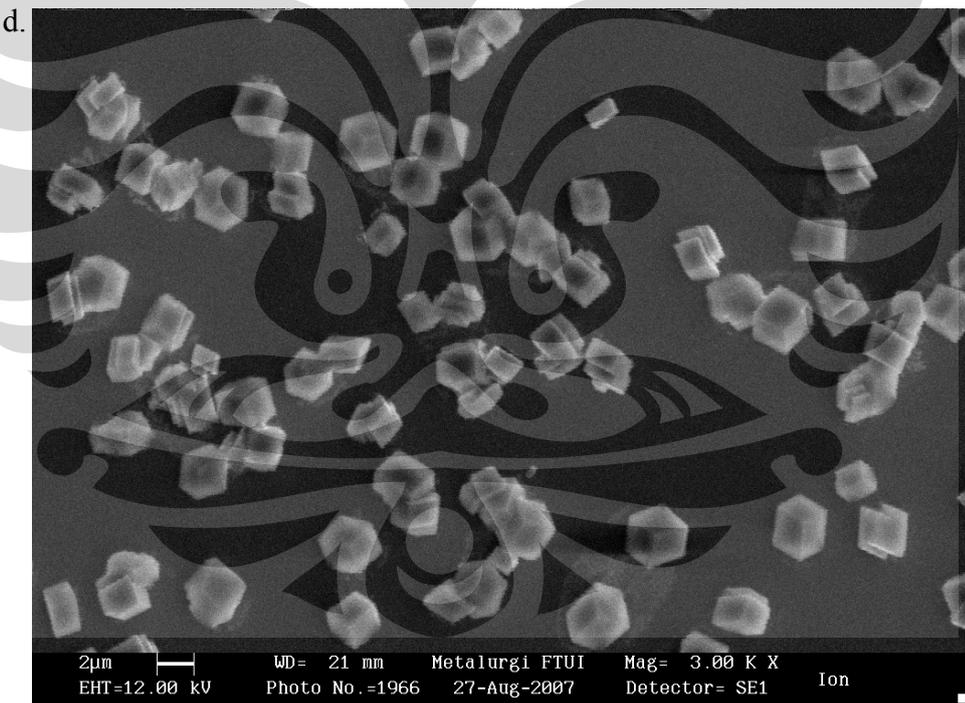
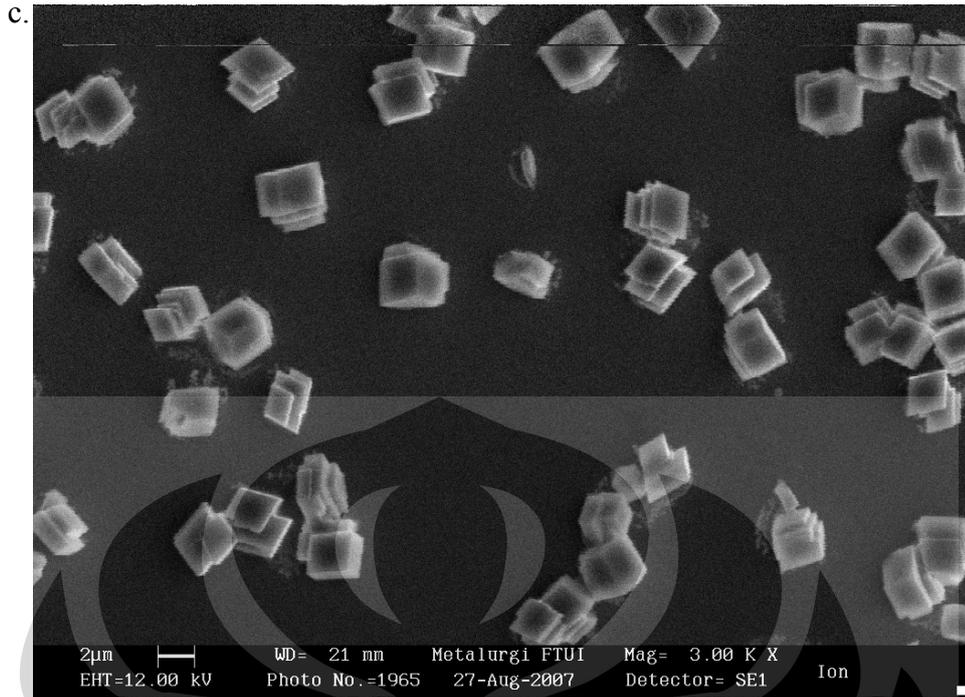
Diambil 10 titik foto secara acak pada pelat sampel magnetisasi :

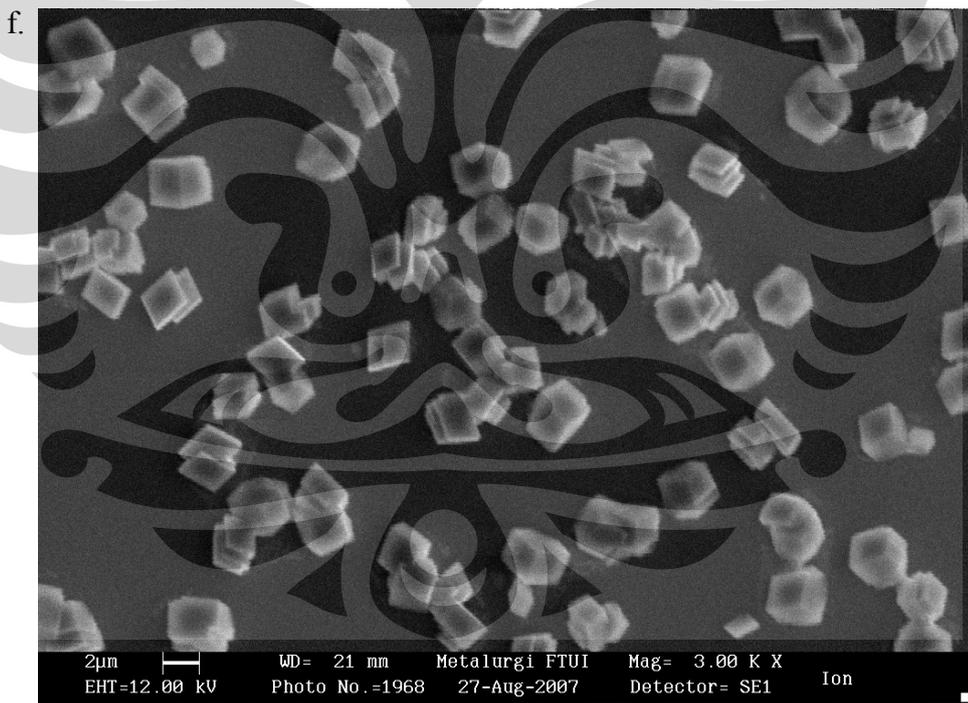
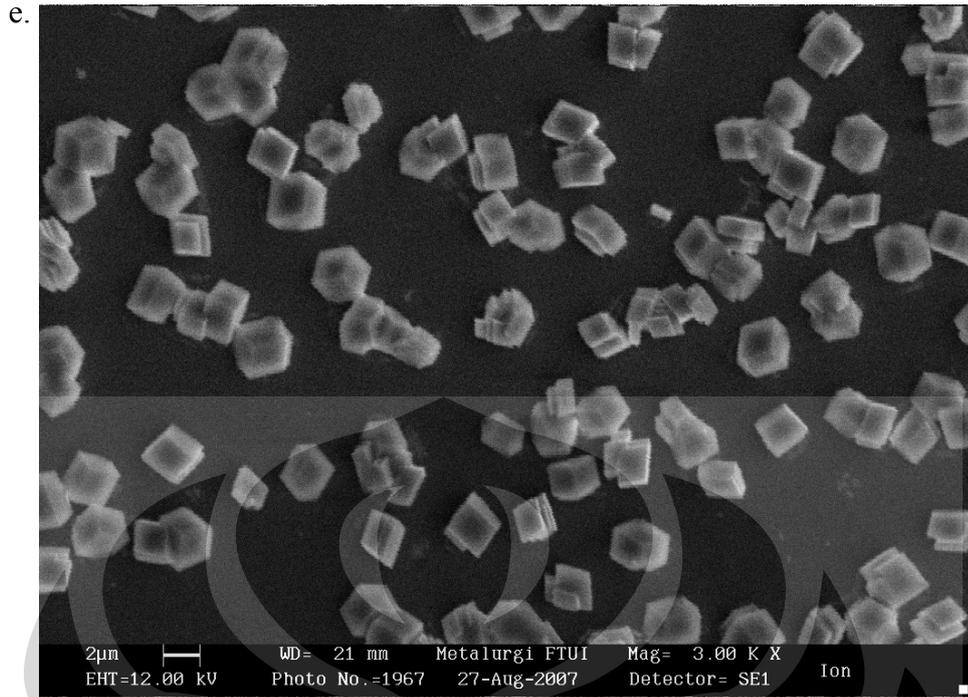
a.



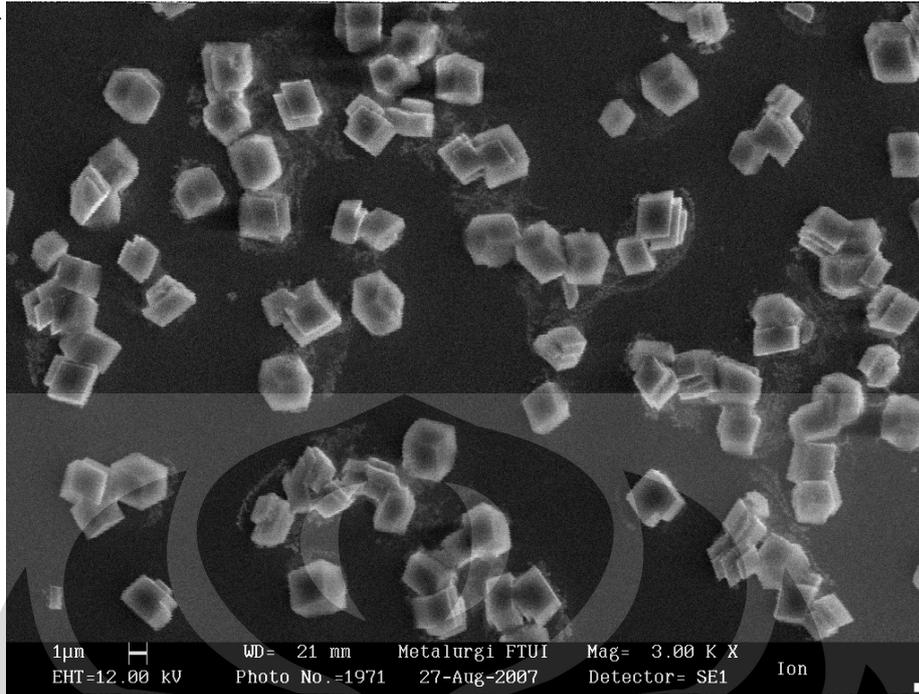
b.



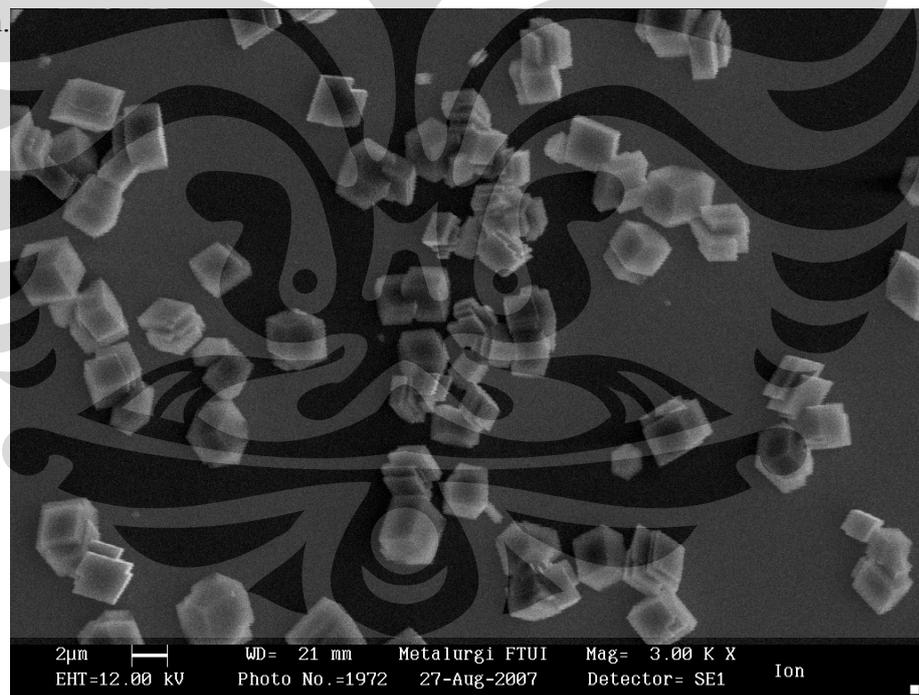


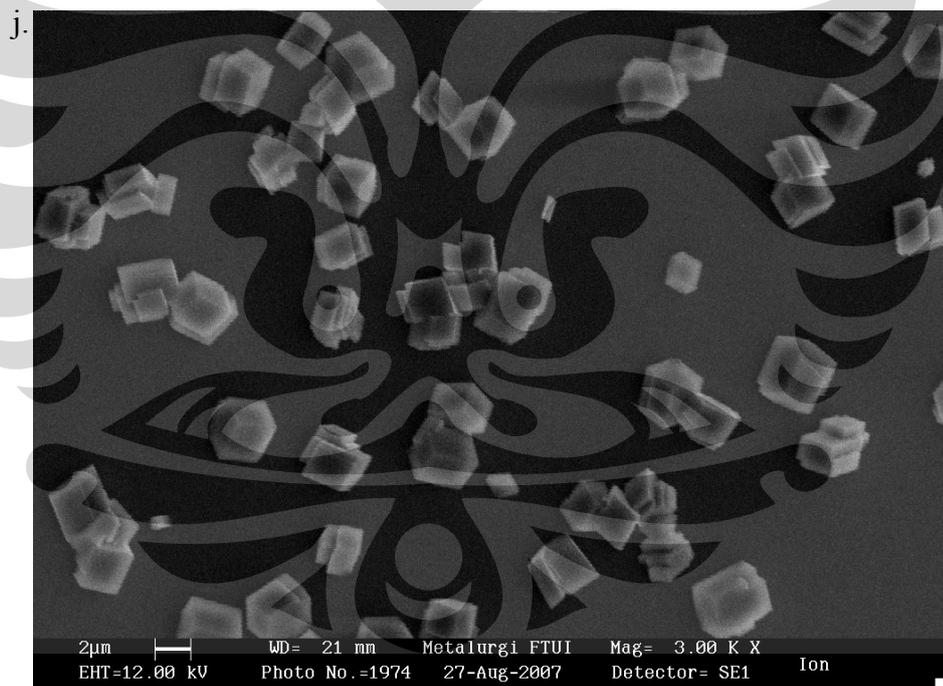
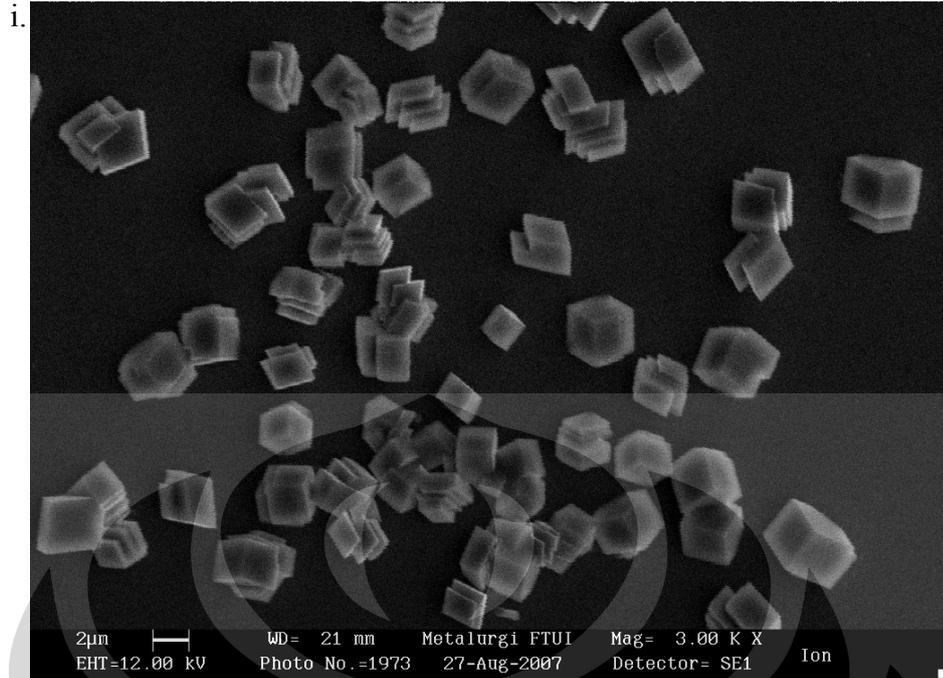


g.



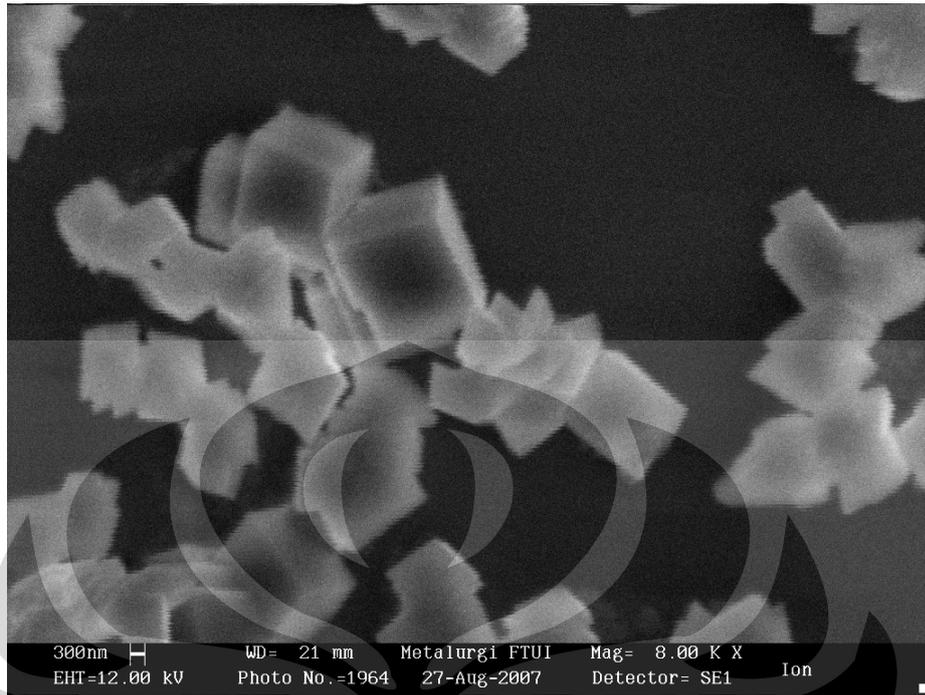
h.



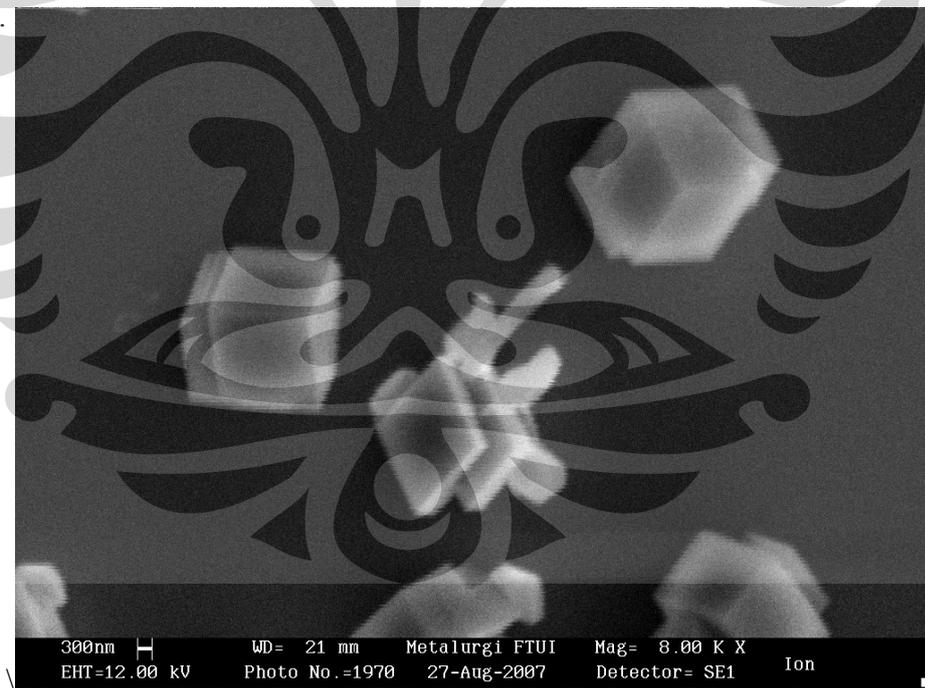


❖ Perbesaran 8000 kali

a.

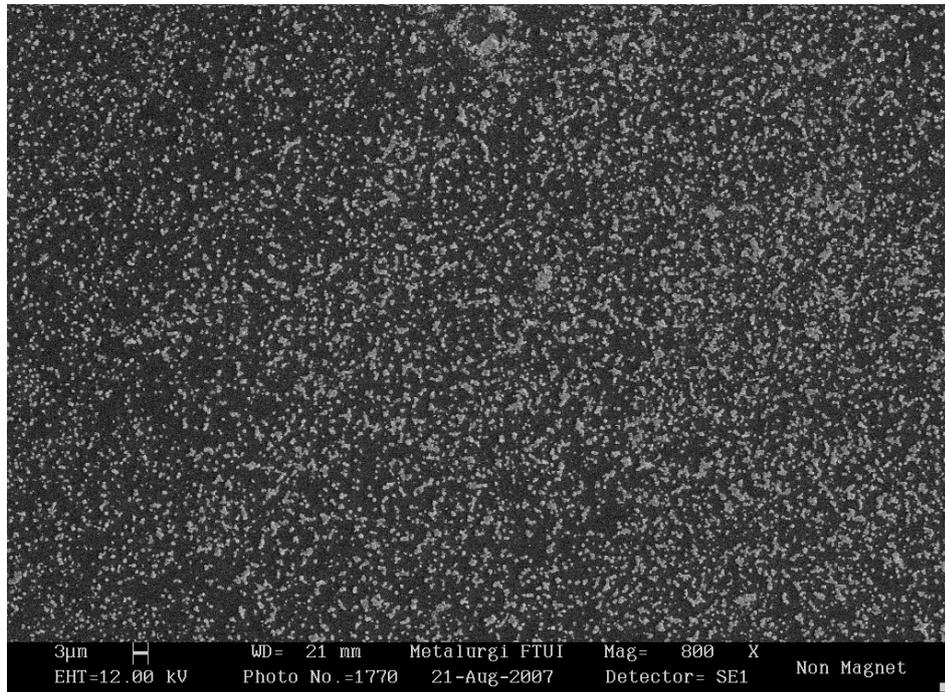


b.

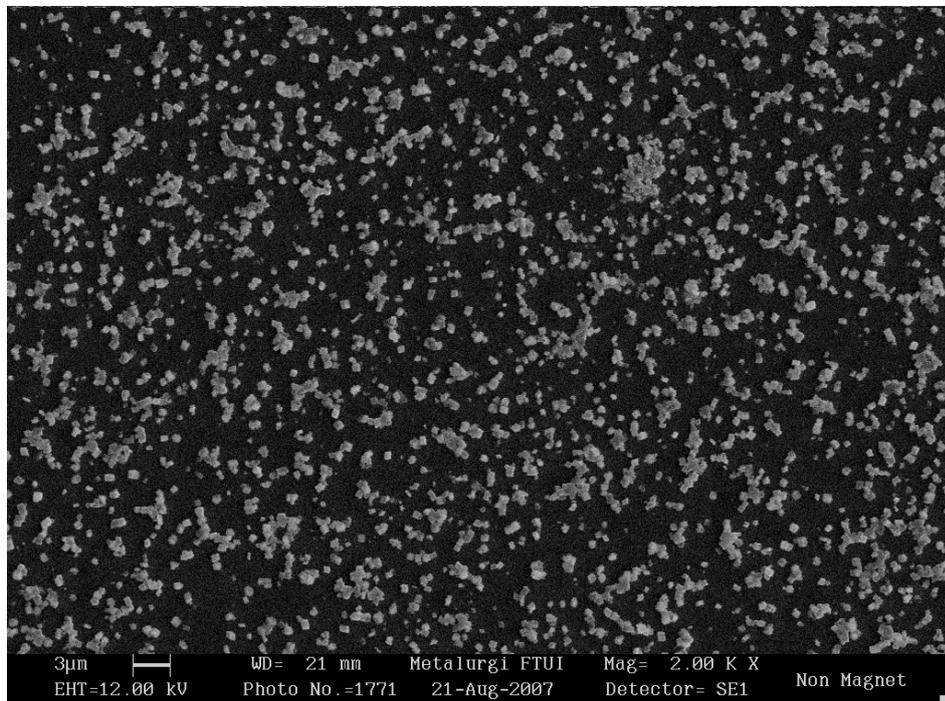


E.1 Sampel Magnetisasi

❖ Perbesaran 800 kali



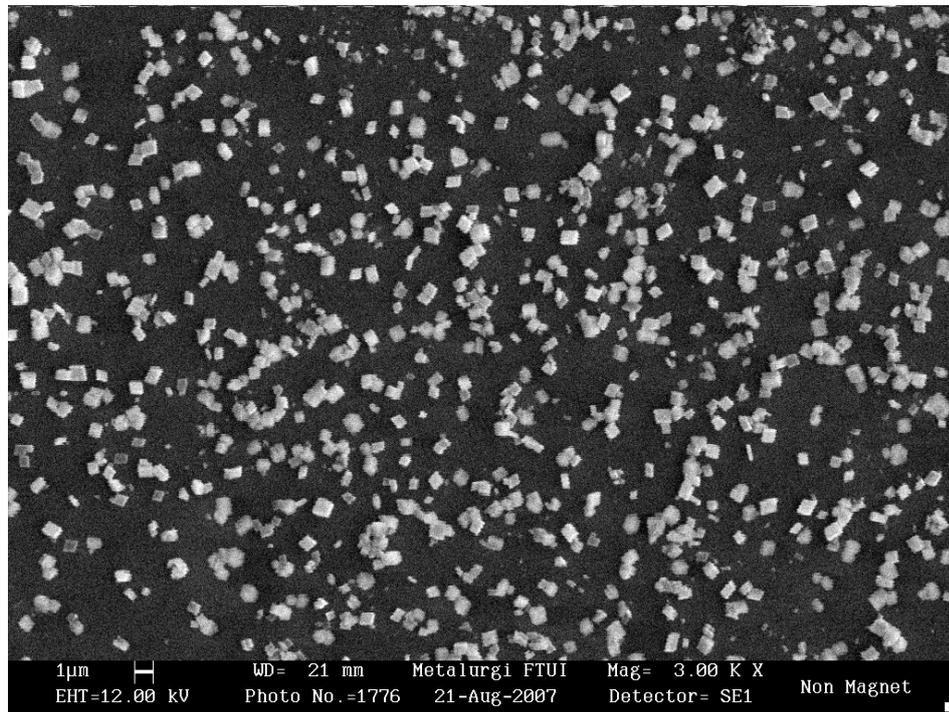
❖ Perbesaran 2000 kali



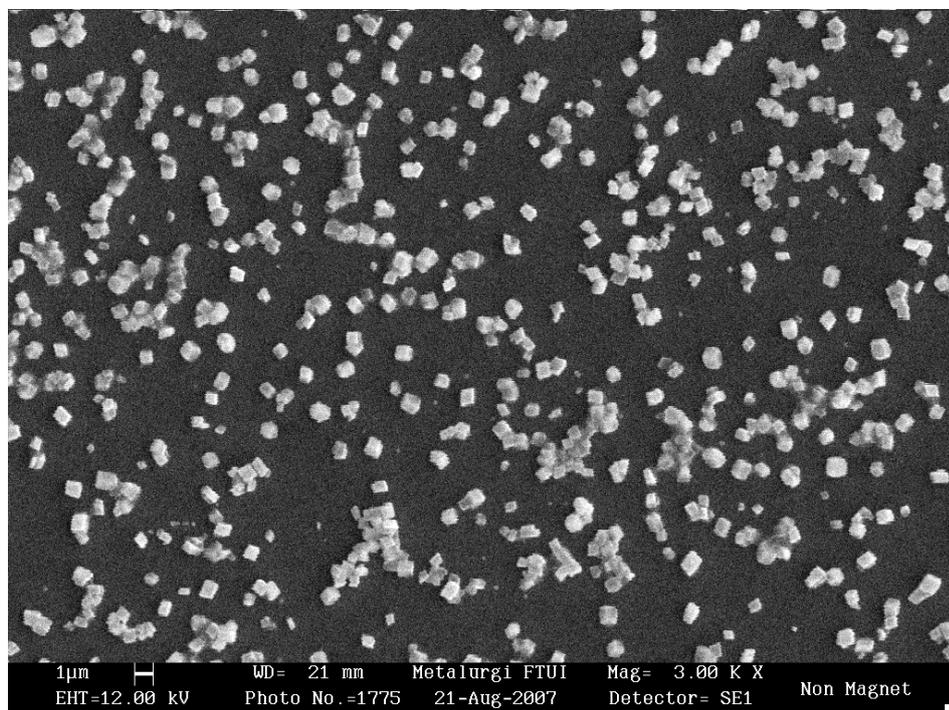
❖ Perbesaran 3000 kali

Diambil 10 titik foto secara acak pada pelat sampel magnetisasi :

a.

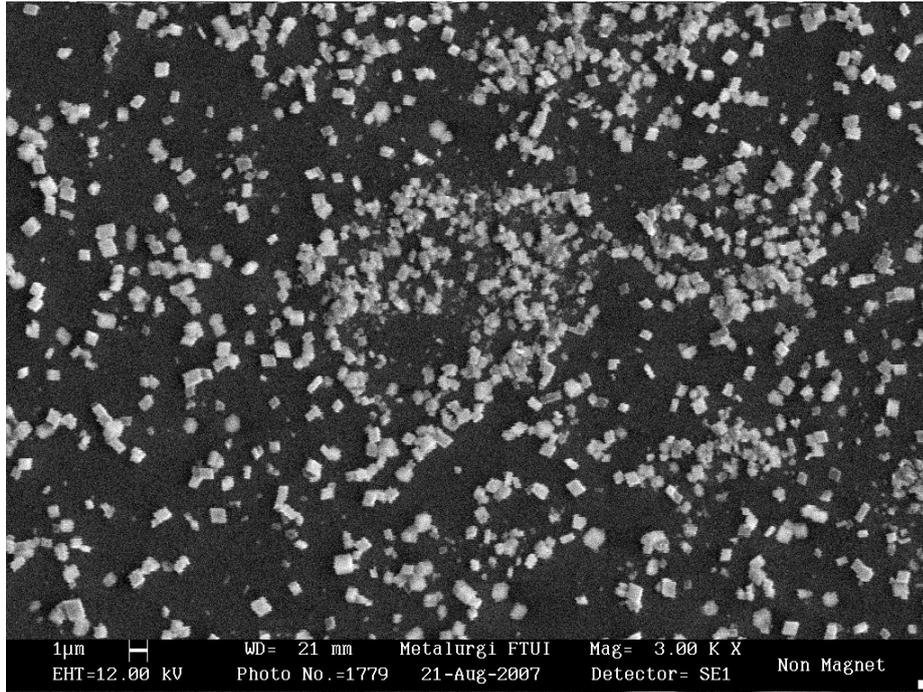


b.

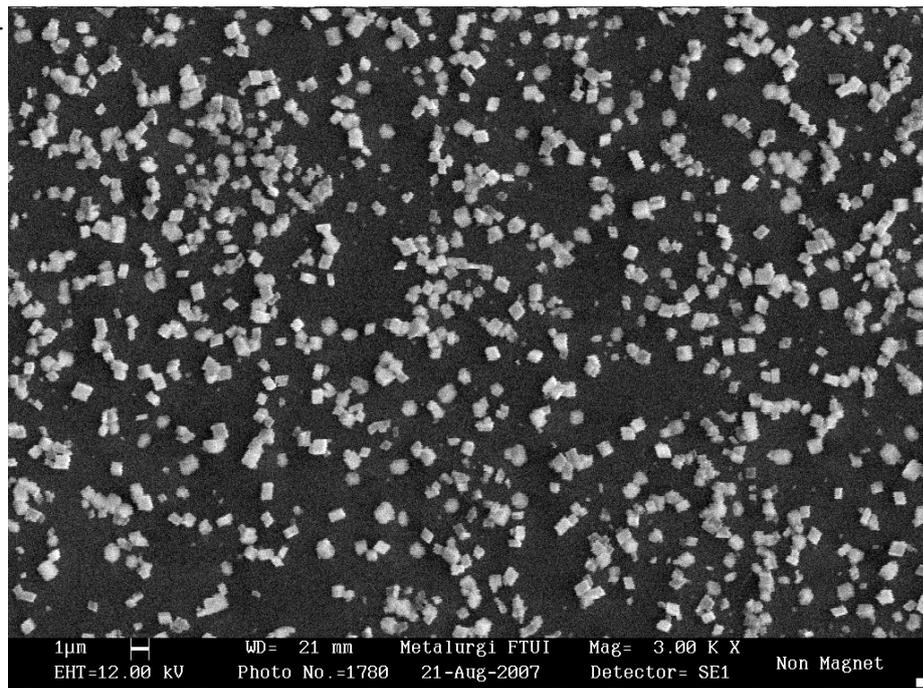


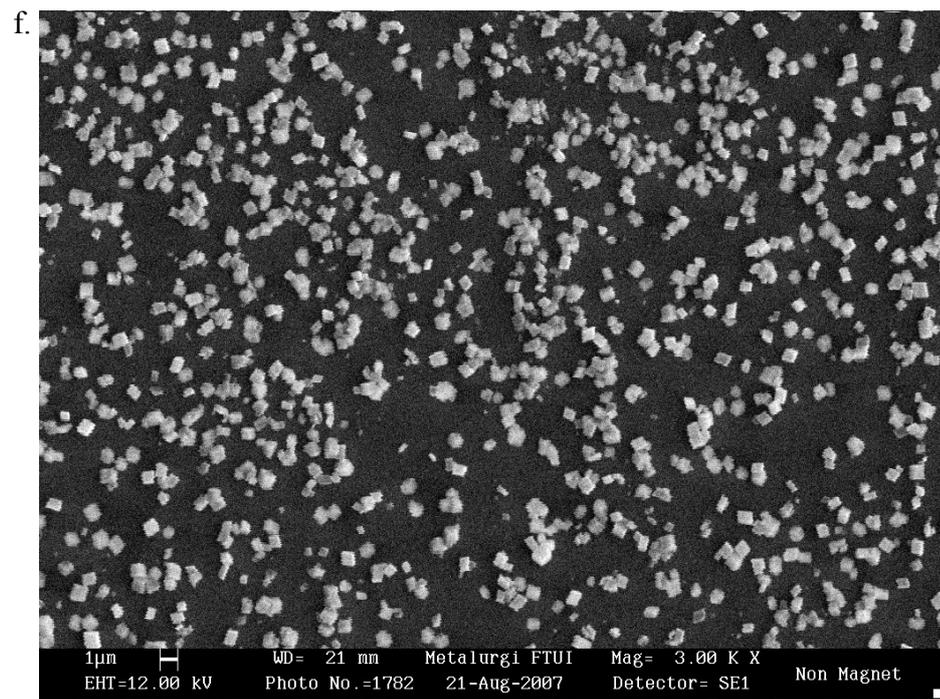
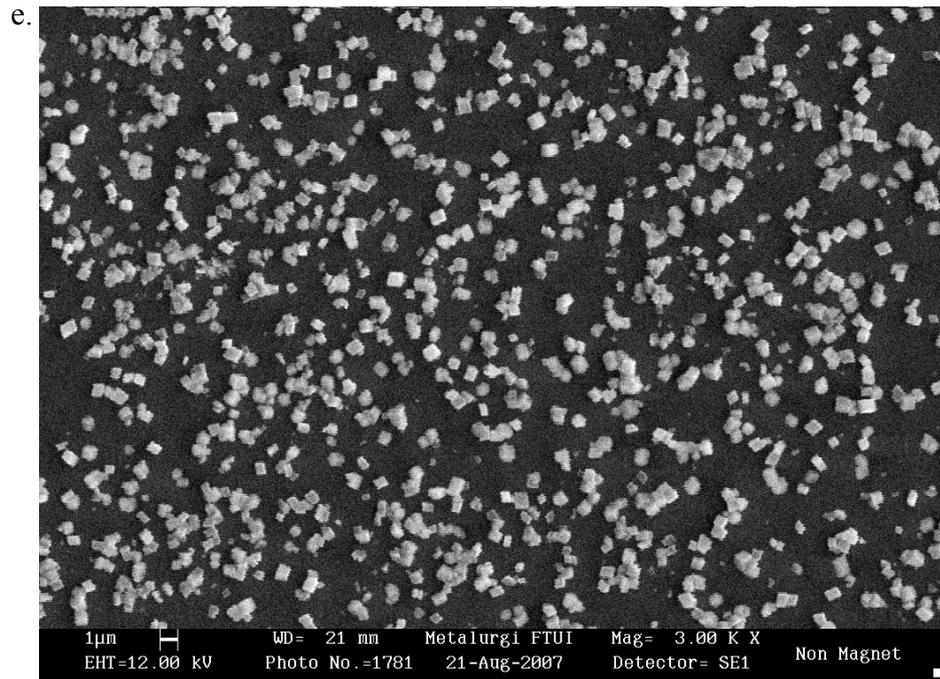


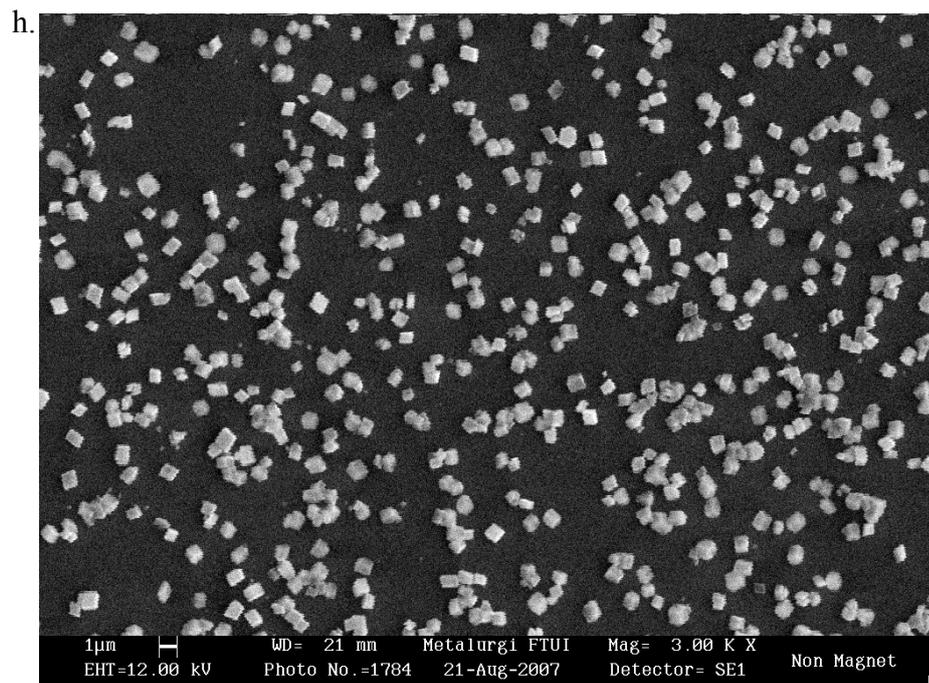
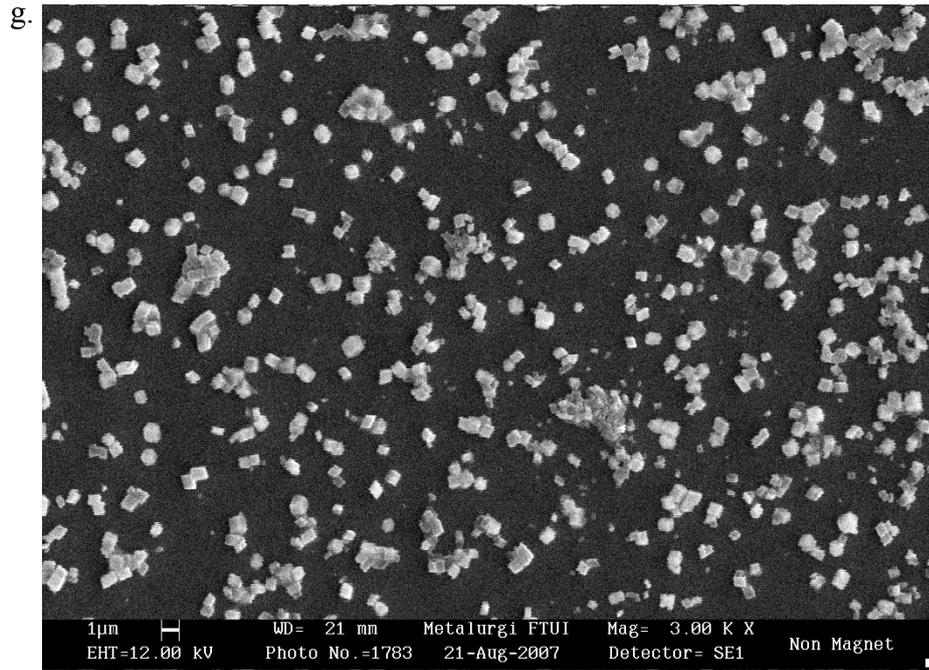
c.



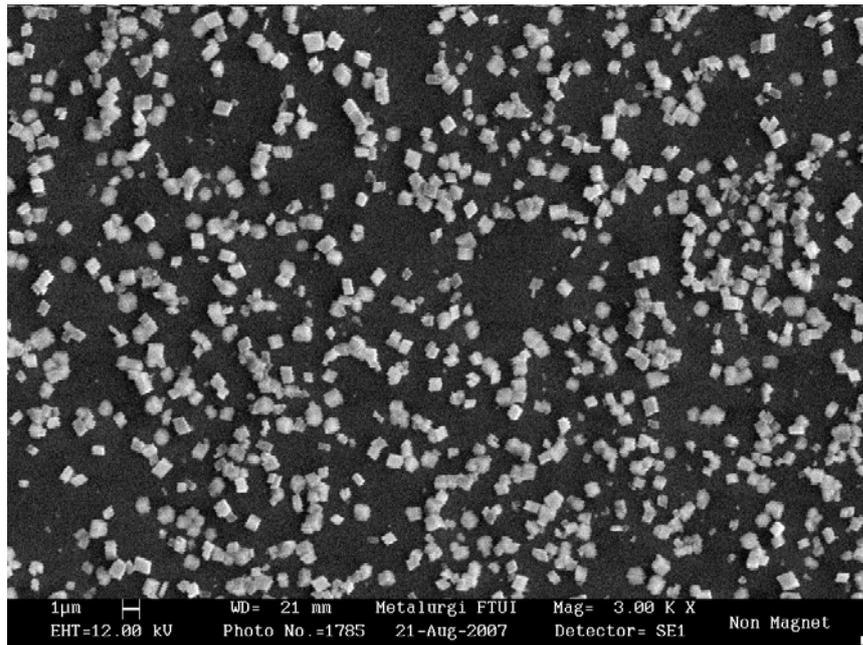
d.



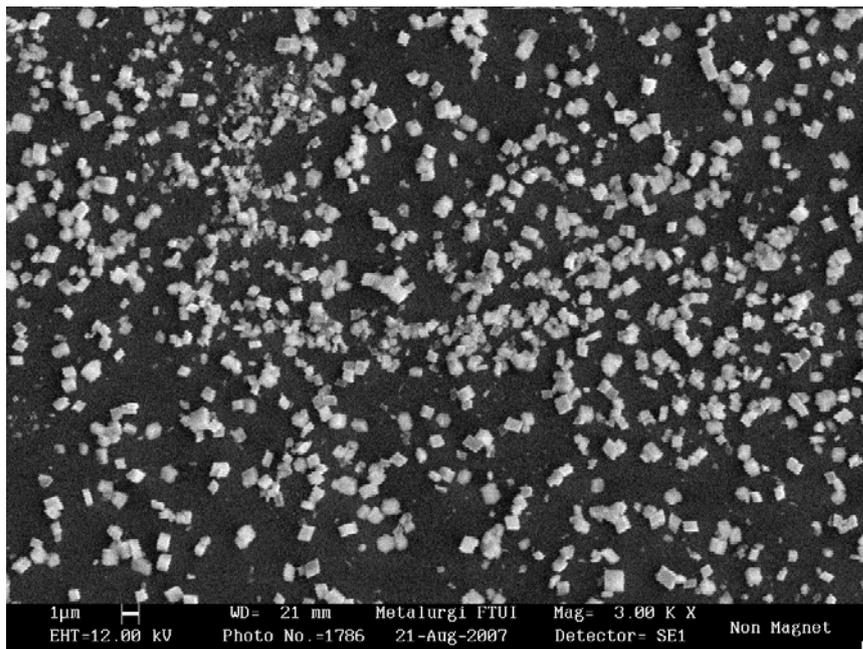




i.



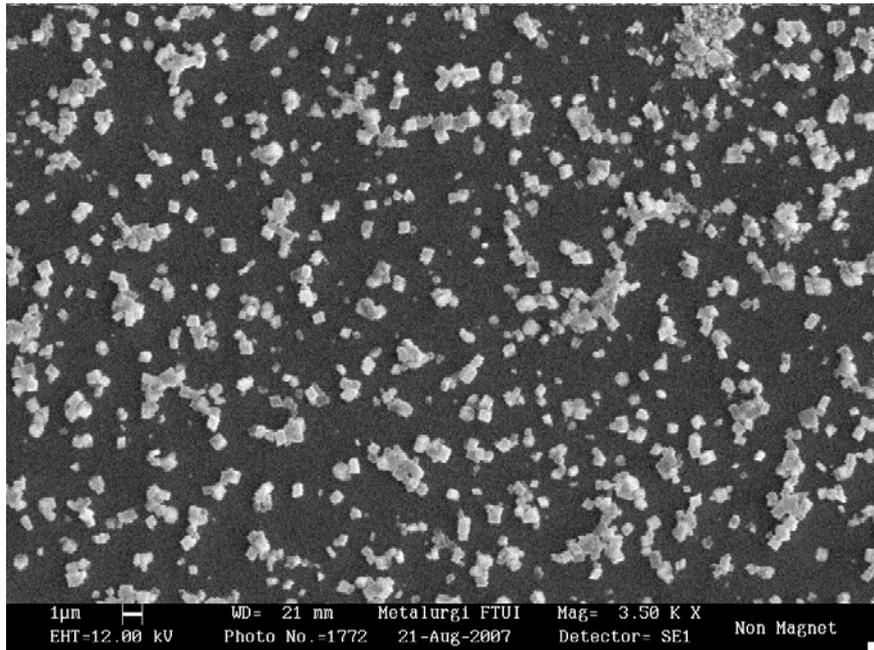
j.



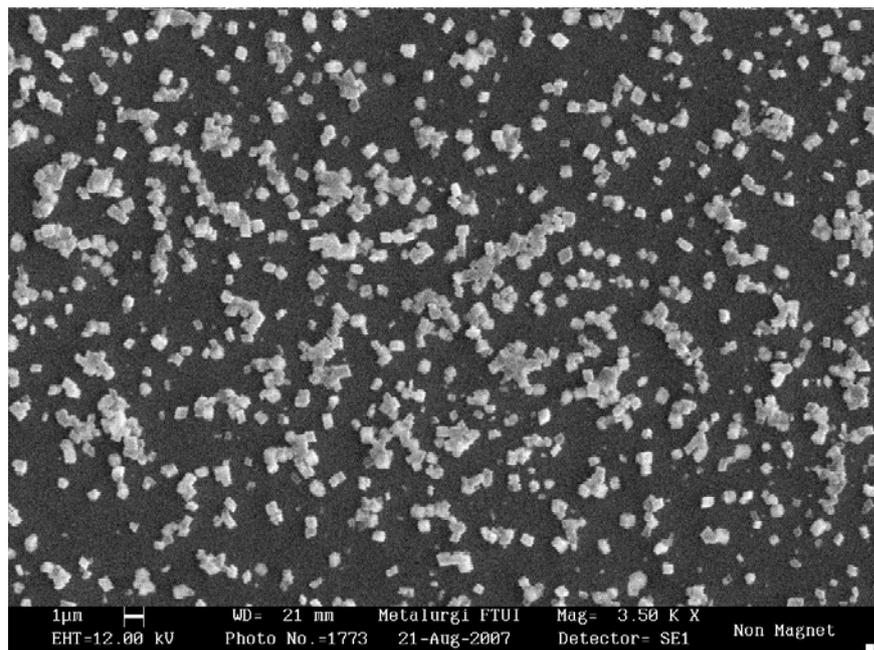


❖ Perbesaran 3500 kali

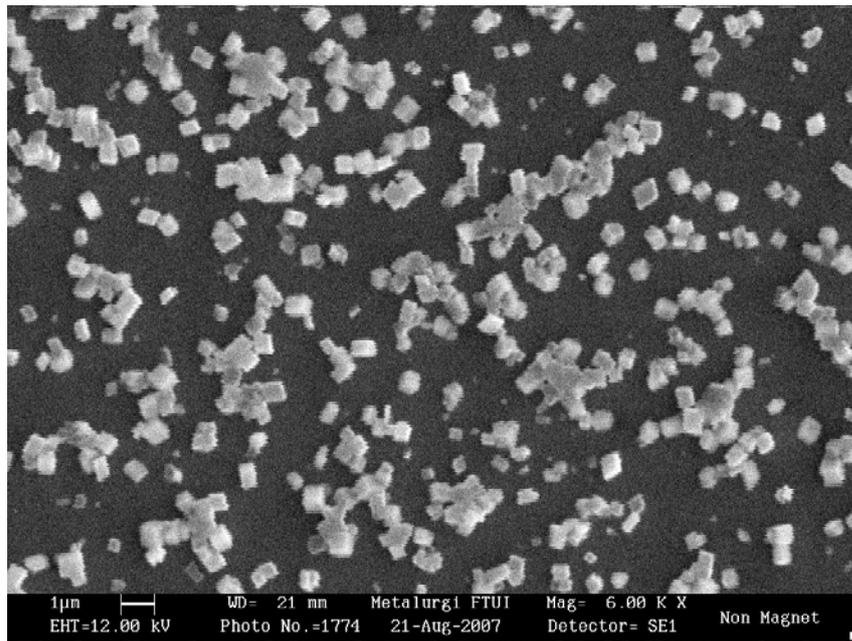
a.



b.

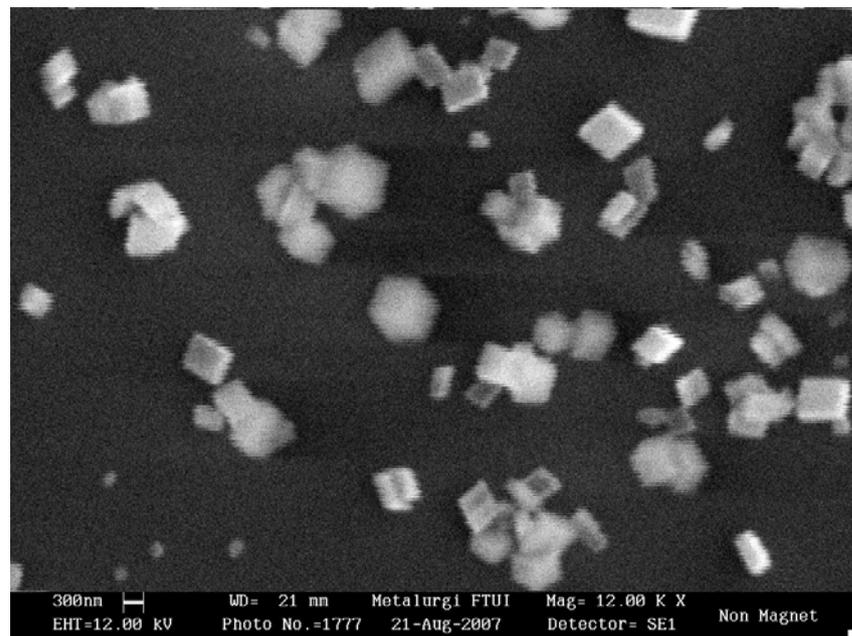


❖ Perbesaran 6000 kali



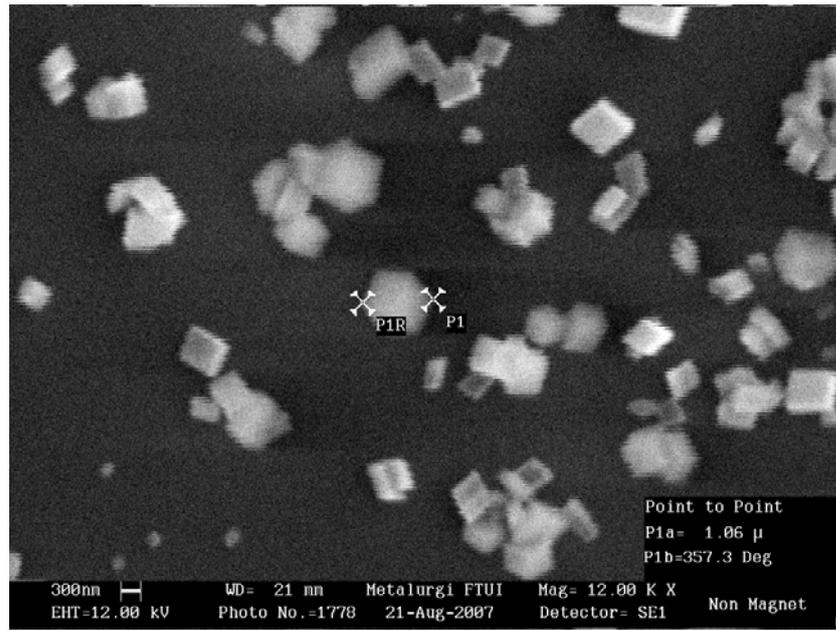
❖ Perbesaran 12000 kali

a.





b.





F. Hasil Perhitungan Jumlah Kristal CaCO₃ Dari Uji Foto SEM Untuk Sampel Magnetisasi dan Non-Magnetisasi.

SISTEM		Jumlah (Σ)		Total
		Besar	Kecil	
Magnetisasi 120 menit	a	100	4	104
	b	60	1	61
	c	50	2	52
	d	82	2	84
	e	99	2	101
	f	88	0	88
	g	93	4	97
	h	76	5	81
	i	58	0	58
	j	60	4	64
Rata 2		76,6	2,4	
Non-Magnetisasi	a	0	737	737
	b	0	516	516
	c	0	606	606
	d	0	664	664
	e	0	728	728
	f	0	755	755
	g	0	511	511
	h	0	523	523
	i	0	768	768
	j	0	799	799
Rata 2		0	660,7	