

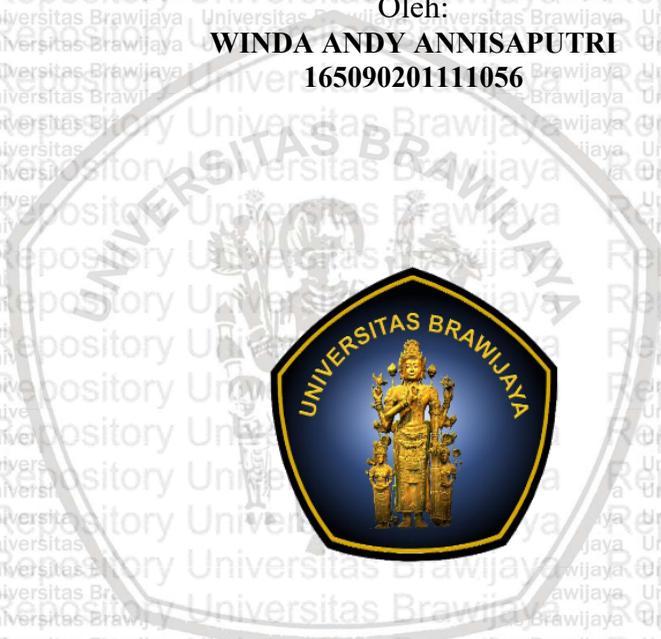
Pengaruh Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan Pada Sintesis Kalsium Karbonat dengan *Modifier* terhadap Sifat Hidrofobisitas

SKRIPSI

Oleh:

WINDA ANDY ANNISAPUTRI

165090201111056



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA MALANG**

2020

Pengaruh Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan Pada Sintesis Kalsium Karbonat dengan *Modifier* terhadap Sifat Hidrofobisitas

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia

Oleh:
WINDA ANDY ANNISAPUTRI
165090201111056



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA MALANG

2020



LEMBAR PERNYATAAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Winda Andy Annisaputri

NIM : 165090201111056

Jurusan : Kimia

Penulis Skripsi berjudul:

Pengaruh Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan Pada Sintesis Kalsium Karbonat dengan *Modifier* terhadap Sifat Hidrofobisitas

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dan Skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain orang-orang yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam Skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata Skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 14 Juli 2020

Yang menyatakan,

Winda Andy Annisaputri

NIM. 165090201111056

Pengaruh Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan Pada Sintesis Kalsium Karbonat dengan *Modifier* terhadap Sifat Hidrofobisitas

ABSTRAK

Kalsium karbonat (CaCO_3) merupakan salah satu material anorganik penting yang sering digunakan dalam industri kertas, karet, plastik, dan cat. Namun karena sifat hidrofiliknya, seringkali terjadi masalah dispersi CaCO_3 pada industri karet dan plastik, sehingga sifat hidrofobis dari CaCO_3 perlu dimodifikasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh faktor suhu reaksi dan faktor kecepatan pengadukan terhadap sifat hidrofobis dari CaCO_3 . Kedua faktor tersebut diperkirakan mempengaruhi tingkat hidrofobis dari CaCO_3 . Penelitian ini merupakan kajian pustaka dimana pustaka rujukan mengacu pada sintesis *precipitated calcium carbonat* (PCC) dengan metode karbonasi sedangkan derajat hidrofobisitas diamati berdasarkan sudut kontak. Berdasarkan hasil pembahasan, suhu reaksi dan kecepatan pengadukan berpengaruh terhadap hidrofobisitas PCC. Suhu optimum berada pada rentang $40\text{-}60^\circ\text{C}$ dan hidrofobisitas PCC, yang ditunjukkan dengan semakin meningkatnya sudut kontak ($91\text{-}125^\circ$), meningkat seiring dengan meningkatnya kecepatan pengadukan (hingga 650 rpm).

Kata kunci: Batu kapur, sintesis kalsium karbonat, pengaruh kecepatan pengadukan, pengaruh suhu reaksi, hidrofobisitas.

Effect of Reaction Temperature and Stirring Rate in Synthesis of Calcium Carbonate with Modifier on Hydrophobicity Properties

ABSTRACT

Calcium carbonate (CaCO_3) is an important inorganic material that is often used in the paper, rubber, plastic and paint industries. However, due to its hydrophilic nature, CaCO_3 dispersion problems often occur in the rubber and plastic industry. Hence the hydrophobic nature of CaCO_3 needs to be modified. This study aims to determine the effect of reaction temperature and stirring speed on the hydrophobic properties of CaCO_3 . Both factors are predicted to influence the hydrophobic level of CaCO_3 . This research is a literature study in which the reference focuses on the synthesis of precipitated calcium carbonate (PCC) by carbonation method, while the degree of hydrophobicity was observed based on the contact angle. Based on the results of the discussion, the reaction temperature and stirring speed affect the hydrophobicity of PCC. The optimum temperature is observed in the range of 40-60°C and the hydrophobicity of PCC, which is indicated by the increasing contact angle (91-125°), increases with increasing stirring speed (up to 650 rpm).

Keywords: *Limestone, calcium carbonate synthesis, stirring rate effect, temperature effect, hydrophobicity.*

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	iii
LEMBAR PERNYATAAN SKRIPSI	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	x1
DAFTAR TABEL	x11
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I Pendahuluan	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Tujuan Penulisan.....	3
1.5 Manfaat Penulisan.....	3
BAB II Metode Penelitian	4
2.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	4
2.2. Jenis Penelitian.....	4
2.3. Pengumpulan Data.....	4
2.4. Analisis Data.....	4
2.5. Tahapan Penelitian.....	5
BAB III Hasil dan Pembahasan	6
3.1 Sintesis PCC.....	6
3.2 Modifikasi PCC.....	7
3.3. Karakterisasi PCC.....	9
3.3.1 Spektrofotometri FT-IR.....	9



3.3.2 Scanning Electron Microscope (SEM)	10
3.3.3 TEM	11
3.3.4 X-Ray Diffraction (XRD)	13
3.4. Uji Hidrofobisitas	14
3.4.1 Penentuan Rasio Aktif	14
3.4.2 Pengukuran Sudut Kontak	15
3.5. Rincian Data Penelitian dari Jurnal	17
3.6. Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Hidrofobisitas PCC	17

BAB IV Penutup

4.1. Kesimpulan	24
4.2. Saran	24

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

28



DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1. Sintesis PCC melalui metode karbonasi 6

Gambar 3.2. Interaksi antara PCC dengan *modifier* natrium stearat 8

Gambar 3.3. Ilustrasi 3D interaksi PCC dengan natrium stearat 8

Gambar 3.4. Spektra IR nano PCC dan nano PCC termodifikasi 10

Gambar 3.5. Contoh hasil uji menggunakan SEM 11

Gambar 3.6. TEM partikel CaCO₃ diperoleh pada suhu yang berbeda dengan *modifier* asam dodekanoat (3,36% wt%) dengan konsentrasi Ca(OH)₂ 5% wt%: (a) 40°C, (b) 60°C, (c) 80°C, dan (d) 90°C 12

Gambar 3.7. Difraktogram XRD kalsium karbonat 14

Gambar 3.8. Difraktogram XRD n-PCC (a) n-PCC yang sudah dimodifikasi natrium stearat (b) 14

Gambar 3.9. Hasil pengukuran sudut kontak 15

Gambar 3.10. Kurva hubungan suhu reaksi dengan sudut kontak pada CaCO₃ yang disintesis dengan metode karbonasi. 18

Gambar 3.11. Kurva hubungan suhu reaksi terhadap rasio aktif 19

Gambar 3.12. Perbesaran kurva hubungan suhu reaksi terhadap rasio aktif pada suhu 40-90°C. 19

Gambar 3.13. Kurva hubungan kecepatan pengadukan terhadap sudut kontak 21

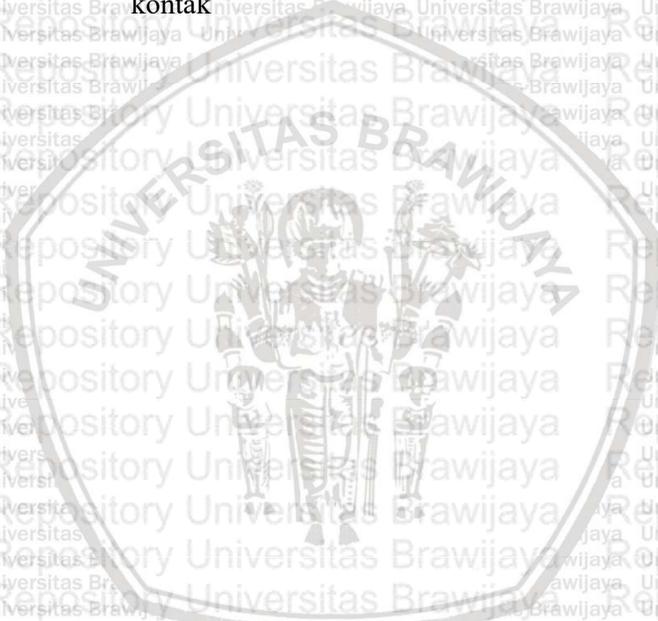
DAFTAR TABEL

Tabel 3.2. Rincian Data Penelitian 16

Tabel 3.2. Data variasi suhu dan hasil sudut kontak dari 17
PCC hasil sintesis dengan metode karbonasi

Tabel 3.3. Data variasi suhu dan hasil rasio aktif metode 18
karbonasi

Tabel 3.4. Data Kecepatan Pengadukan dan hasil sudut 21
kontak





DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Struktur Kimia <i>modifier</i>	28
Gambar A.1.	Struktur Natrium Stearat	28
Gambar A.2.	Struktur Asam Dodekanoat	28
Gambar A.3.	Struktur Alkanolamide	28
Gambar A.4.	Struktur <i>Aluminate Coupling Agent</i> (ACA)	28
Lampiran B.	Data hasil penelitian uji hidrofobisitas dari pustaka	29
Gambar B.1.	Kurva pengaruh suhu reaksi terhadap rasio aktif (atas [6]; bawah [8])	29
Gambar B.2.	Kurva pengaruh suhu reaksi terhadap sudut kontak	29
Gambar B.3.	Hasil uji sudut kontak dari penelitian Wang, dkk (2020)	30
Gambar B.4.	Kurva pengaruh suhu reaksi terhadap sudut kontak	30
Gambar B.5.	Kurva pengaruh kecepatan pengadukan terhadap sudut kontak	30

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Negara Indonesia merupakan salah satu negara di dunia yang kaya akan hasil alam. Salah satu hasil alamnya adalah batu kapur (*limestone*). Potensi batu kapur di Indonesia sangat besar dan tersebar merata [1]. Jumlah batu kapur di Indonesia secara umum mencapai angka 28,678 milyar ton. Ditunjukkan secara statistik bahwa terdapat peningkatan penggunaan batu kapur pada sektor industri, yakni 10,45% tiap tahunnya [2]. Sumber batu kapur terbesar terletak di Jawa Timur, Sumatra Barat, Kalimantan Tengah, dan Jawa Barat [1].

Batu kapur merupakan salah satu bahan hasil tambang yang memiliki kandungan kalsium (Ca) dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO_3). Kandungan CaCO_3 dalam batu kapur dapat mencapai lebih dari 90%, sisanya adalah zat-zat lain [2]. CaCO_3 merupakan salah satu pengisi anorganik penting yang dapat digunakan dalam industri kertas, karet, plastik, dan cat. Akan tetapi, pada industri karet dan plastik, sifat hidrofiliknya menciptakan masalah dispersi dalam matriks polimer [3]. Maka, modifikasi permukaan CaCO_3 dengan spesies hidrofobik dapat memecahkan masalah ini, yang juga dapat digunakan sebagai aplikasi dari partikel mineral dalam memperkuat komposit polimer [4].

Secara global, permintaan produksi kalsium karbonat baik *ground calcium carbonate* (GCC) maupun *precipitated calcium carbonate* (PCC) telah meningkat secara terus-menerus. Pada tahun 2015, Thenepalli dkk [5] menyatakan permintaan kalsium karbonat pada tahun 2016 akan mencapai 108,5 juta ton dan akan terus meningkat untuk digunakan pada aplikasi pelapisan kertas serta pengisi anorganik (*filler*) untuk industri plastik. Di antara konsumen global kalsium karbonat, benua Asia diperkirakan menempati bagian terbesar, terutama di industri kertas [5]. Sehingga Indonesia memiliki potensi yang sangat tinggi untuk melakukan ekspor produk kalsium karbonat di pasar global.

Penelitian Wang dkk [6] menunjukkan bahwa parameter suhu dapat mempengaruhi interaksi antara *modifier* dan CaCO_3 . Selain itu, suhu juga dapat mempengaruhi nukleasi dan laju pertumbuhan dari kristal CaCO_3 . Ditinjau dari hasilnya, penelitian tersebut menyatakan bahwa ukuran partikel, morfologi, dan sifat permukaan CaCO_3 juga



sangat dipengaruhi oleh parameter suhu [6]. Pembuatan material kalsium karbonat dengan variasi suhu reaksi dalam beberapa jurnal ditunjukkan dapat mempengaruhi sifat hidrofobisitasnya, hal ini dibuktikan dengan data sudut kontak yang didapatkan melalui karakterisasi dengan menggunakan *contact angle analyzer* (CAA). Semakin tinggi sudut kontak mengindikasikan tingkat hidrofobisitas suatu material lebih tinggi. Selain itu dapat dibuktikan pula dengan data rasio aktif yang didapatkan melalui uji apung. Semakin tinggi rasio aktif, maka akan semakin tinggi pula tingkat hidrofobisitasnya.

Berdasarkan penelitian-penelitian yang sudah dilakukan, dapat diketahui bahwa suhu reaksi *modifier* akan mempengaruhi sifat hidrofobisitas dari kalsium karbonat. Selain suhu, terdapat faktor lain yang dapat mempengaruhi hidrofobisitas, yakni konsentrasi *modifier*.

Parameter suhu memiliki pengaruh besar yang dapat melibatkan banyak faktor (selain hidrofobisitas) seperti kecepatan reaksi, homogenitas, banyaknya rendemen dan morfologi dari material yang dimodifikasi. Selain itu, parameter suhu belum banyak dieksplorasi, sehingga akan sangat menarik untuk dibahas lebih mendalam.

Selain konsentrasi *modifier* dan suhu reaksi, terdapat pula faktor kecepatan pengadukan yang ternyata memiliki pengaruh terhadap sifat hidrofobisitas dari suatu material yang termodifikasi substrat hidrofobik. Sebagaimana dilaporkan oleh Li dan Zhang (2009), kecepatan pengadukan mempengaruhi sifat hidrofobisitas dari material kalsium karbonat yang dimodifikasi [7].

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan:

1. Bagaimana pengaruh suhu reaksi dan kecepatan pengadukan terhadap sifat hidrofobisitas dari PCC?
2. Bagaimana kondisi suhu reaksi dan kecepatan pengadukan yang dapat memberikan pengaruh optimum dalam sintesis PCC hidrofobik?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh suhu reaksi dan kecepatan pengadukan terhadap sifat hidrofobisitas dari PCC



2. Mengetahui kondisi suhu reaksi dan kecepatan pengadukan yang dapat memberikan pengaruh optimum dalam sintesis PCC hidrofobik.

1.4 Tujuan Penulisan

Memberikan informasi mengenai pengaruh suhu reaksi dan kecepatan pengadukan terhadap sifat hidrofobisitas PCC yang disintesis dengan *modifier*.

1.5 Manfaat Penulisan

Manfaat dari penulisan ini adalah untuk mendapatkan informasi yang mendasari pengembangan material PCC hidrofobik dengan penambahan *modifier*.



BAB II METODE PENELITIAN

2.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan selama 4 bulan, dimulai dari bulan Februari hingga bulan Mei 2020.

2.2. Jenis Penelitian

Penelitian dilakukan dengan metode campuran (*mixed method research*), yakni gabungan antara penelitian kualitatif dan kuantitatif. Metode ini berfungsi untuk mendeskripsikan atau memberikan gambaran dengan cara mengumpulkan, mempersiapkan, serta menganalisis data obyek yang diteliti berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan. Selanjutnya dilakukan penggabungan data yang relevan dan penyimpulan informasi berdasarkan data hasil penelitian tersebut.

2.3. Pengumpulan Data

Metode pengumpulan data yang dilakukan dalam penelitian ini adalah studi pustaka, yaitu dengan cara mencari referensi berupa teori maupun hasil penelitian dari jurnal yang berhubungan dengan permasalahan dalam penelitian ini. Selanjutnya dilakukan *screening* mengenai konsep dan teori yang digunakan dalam pustaka yang ada, utamanya jurnal ilmiah. Data yang digunakan dalam penelitian ini adalah data sekunder yang bersumber dari artikel jurnal penelitian. Referensi tersebut berisikan data mengenai sintesis dan modifikasi kalsium karbonat, serta pengaruh suhu terhadap sifat hidrofobisitas kalsium karbonat.

2.4. Analisis Data

Teknik analisis data yang digunakan adalah analisis konten (*content analysis*). Analisis ini merupakan analisis dengan pembahasan mendalam tentang isi dari suatu data yang diperoleh dari jurnal-jurnal yang relevan. Kemudian data yang saling terkait dibandingkan secara proposional hingga diperoleh suatu kesimpulan yang menjadi penghubung dari tiap-tiap jurnal yang diacu.

2.5. Tahapan Penelitian

1. Merumuskan permasalahan terkait topik PCC hidrofobik.
2. Mengumpulkan artikel jurnal internasional bereputasi sebagai rujukan utama.
3. Merangkum data hasil penelitian dari jurnal rujukan, melakukan analisa prosedur dan analisa hasil atas data yang diperoleh dari jurnal rujukan.
4. Membahas hasil analisa (termasuk hubungan antara parameter yang dipilih sesuai tujuan penulisan) dan menyimpulkan hasil kajian.
5. Menuliskan dalam bentuk naskah skripsi.

Pembahasan dilakukan sesuai urutan berikut: sintesis PCC, modifikasi PCC, karakterisasi PCC dengan *modifier*, uji hidrofobisitas, rincian data penelitian dari jurnal, pengaruh suhu terhadap hidrofobisitas, dan pengaruh kecepatan pengadukan terhadap hidrofobisitas.

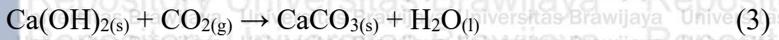
BAB III HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis PCC

Kelimpahan batu kapur di Indonesia membuka peluang penelitian mengenai material baru untuk menambah daya guna dari batu kapur tersebut. Sebagai contoh adalah material kalsium karbonat atau dikenal sebagai *precipitated calcium carbonate* (PCC). Metode yang umum digunakan untuk sintesis PCC adalah metode karbonasi. Metode karbonasi berlangsung dengan cara mereaksikan gelembung gas CO₂ melalui bagian bawah bubuk Ca(OH)₂, skema sederhana metode ini diilustrasikan di Gambar 3.1 dengan reaksi yang terjadi ditunjukkan pada pada nomor 1-3. Metode karbonasi lebih disukai dalam hal pelestarian lingkungan dan penggunaan sumber daya mineral secara efektif. Namun dengan metode ini bentuk kristal dan modifikasi kalsium karbonat sulit dikendalikan [8].



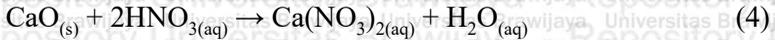
Gambar 3.3. Sintesis PCC melalui metode karbonasi [9].



Reaksi (1) merupakan reaksi yang terjadi ketika pemanasan CaCO₃ menggunakan tanur sehingga diperoleh CaO, yang kemudian akan berlanjut ke reaksi pembentukan PCC (2-3). Reaksi (2) dibuat untuk memperoleh bubuk Ca(OH)₂ yang selanjutnya akan direaksikan dengan gelembung CO₂ untuk membentuk padatan CaCO₃ (PCC) [10].

Selain metode karbonasi, terdapat pula metode kaustik soda menggunakan natrium karbonat sebagai sumber karbonatnya. Sintesis PCC dilakukan dengan cara kalsinasi batu kapur (CaCO₃) untuk

mendapatkan kapur tohor (CaO) murni, kemudian ditambahkan HNO₃ untuk mendapat kemurnian yang tinggi. Lalu, dilakukan metode kaustik soda dengan menambahkan larutan Na₂CO₃ sebagai pembuat CaCO₃. Sintesis PCC dengan metode kaustik soda dijelaskan di persamaan berikut ini [11]:



Pada metode kaustik soda, juga dilakukan pemanasan CaCO₃ untuk memperoleh CaO (Reaksi (1)). Kemudian dilakukan penambahan asam nitrat seperti pada Reaksi (4) untuk mengaktifasi kalsium, dimana menurut penelitian Azkiya dkk [11] diperoleh kesimpulan bahwa semakin tinggi konsentrasi HNO₃ yang digunakan maka rendemen PCC yang diperoleh semakin banyak. Reaksi (5) adalah reaksi pembentukan PCC dengan metode kaustik soda (penambahan Na₂CO₃ ke dalam Ca(NO₃)₂) [11].

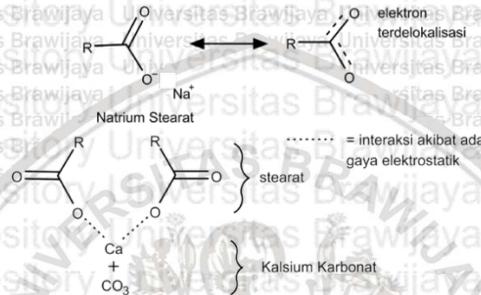
3.2 Modifikasi PCC

PCC sudah sering sekali digunakan sebagai material pengisi (*filler*) anorganik di berbagai industri. Akan tetapi sifatnya yang hidrofilik dapat menyebabkan masalah dalam beberapa industri seperti industri karet dan plastik [3], sehingga diperlukan modifikasi permukaan kalsium karbonat sehingga bersifat hidrofobis dan dapat dipergunakan sebagai *filler* pada industri karet dan plastik. CaCO₃ hidrofobik dapat diperoleh melalui modifikasi dengan penambahan *modifier* yang bersifat hidrofobis.

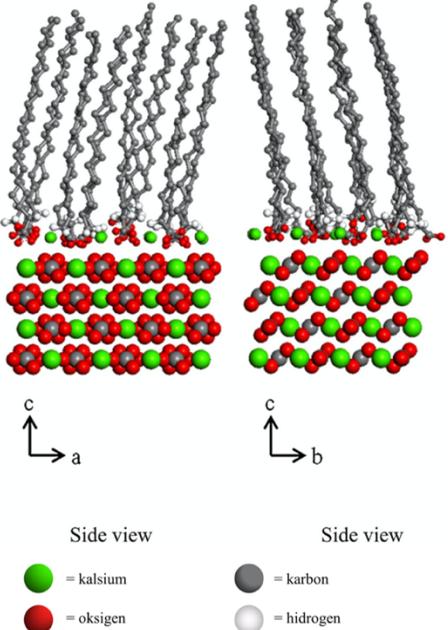
Modifikasi dilakukan dengan menambahkan senyawa yang disebut sebagai *modifier* yang memiliki gugus hidrofilik di satu sisi dan gugus hidrofobik di sisi lain. *Modifier* berperan mengubah gugus aktif sekaligus melapisi permukaan PCC dengan cara mereaksikan bagian hidrofilik PCC dengan bagian hidrofilik pada *modifier*. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.2, *modifier* (natrium stearat) berinteraksi dengan PCC akibat adanya gaya elektrostatis, sehingga elektron pada atom O dapat terdelokalisasi.

Hasil interaksi antara PCC dengan natrium stearat dapat diilustrasikan secara 3D dengan Gambar 3.3. Warna hijau mengindikasikan kalsium, warna merah mengindikasikan oksigen, warna abu-abu mengindikasikan karbon, dan warna putih mengindikasikan hidrogen.

Metode modifikasi dalam penelitian Li dan Zhang (2009) adalah metode *mixing* [7]. Pertama, CaCO_3 didispersikan dalam air. Lalu, *modifier* dilarutkan. Kemudian, suspensi CaCO_3 /bubur $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan larutan *modifier* dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Reaktan dipanaskan perlahan di bawah pengadukan kontinyu. Setelah reaksi selesai, sampel dicuci dengan *n*-butanol, etanol dan air suling beberapa kali, disaring dengan vakum dan dipisahkan, selanjutnya dikeringkan pada suhu 80°C [7].



Gambar 3.4. Interaksi antara PCC dengan *modifier* natrium stearat



Gambar 3.5. Ilustrasi 3D interaksi PCC dengan natrium stearat [12]

Setelah permukaan PCC dimodifikasi, tingkat hidrofobisitas dari material PCC dapat ditentukan dengan cara melakukan karakterisasi dan pengujian hidrofobisitas.

3.3. Karakterisasi PCC

Karakterisasi dilakukan dengan spektrofotometri FT-IR, SEM, TEM, dan *powder*-XRD sebagaimana rujukan dari jurnal.

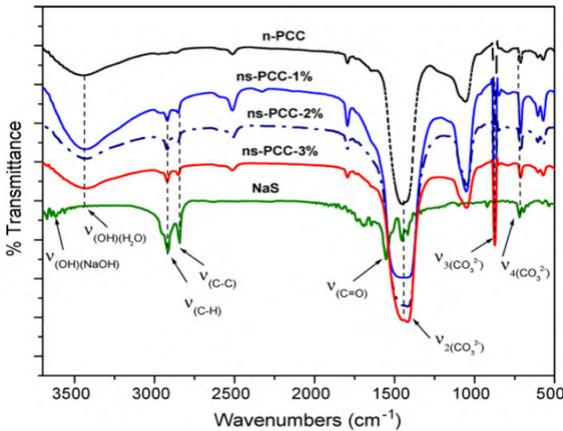
3.3.1 Spektrofotometri FT-IR

Dalam analisis kimia, spektrofotometer FT-IR adalah suatu instrumen yang dapat mendeteksi molekul senyawa melalui identifikasi gugus fungsi penyusun senyawa tersebut. Prinsip spektroskopi yang digunakan pada instrumen ini adalah adsorpsi sinar inframerah oleh materi (sampel). Perbedaan spektrum tiap materi didasari oleh perbedaan penyerapan radiasi inframerah oleh tiap-tiap gugus. Fungsi utama dari spektroskopi inframerah adalah mengidentifikasi struktur molekul (gugus fungsional) melalui pita serapan yang diperoleh. Pita serapan diperoleh ketika radiasi elektromagnetik terserap, kemudian energi molekul akan naik, sehingga dapat menyebabkan interaksi berupa vibrasi dan rotasi [13].

Pada penelitian ini, spektrofotometer FT-IR digunakan untuk mengetahui adanya gugus karbonat, dan gugus-gugus dari *modifier* yang digunakan pada sampel serta untuk mengetahui kemurnian dari sampel yang dihasilkan, sehingga pengguna dapat memaparkan perbedaan spektra kalsium karbonat sebelum dan sesudah diberi *modifier*. Ciri-ciri pita penyerapan karbonat yang dibagi menjadi empat bagian: rentetan simetris ion karbonat sekitar 1080 cm^{-1} ; penyerapan lentur sekitar 870 cm^{-1} ; bentangan asimetris sekitar 1400 cm^{-1} dan lentur sekitar 700 cm^{-1} . Sedangkan apabila kalsium karbonat dalam bentuk kalsit, akan diperoleh 2 penyerapan khas di sekitar $700\text{--}880\text{ cm}^{-1}$ [14].

Contoh spektra IR PCC sebelum dan sesudah penambahan *modifier* ditampilkan di Gambar 3.4 [15]. Spektra IR PCC yang dimodifikasi dan yang tidak dimodifikasi memberikan profil yang berbeda-beda sesuai struktur senyawa yang dijadikan sebagai *modifier*. Keberhasilan pelapisan PCC oleh *modifier* dapat diketahui dari munculnya serapan baru yang merupakan hasil vibrasi gugus fungsional yang ada di senyawa modifiernya. Selain itu, pergeseran

bilangan gelombang dari CaCO_3 juga mengindikasikan terjadinya interaksi antara oksida atau logam di PCC dengan gugus fungsi dari *modifiernya*. Sebagai contoh, berikut merupakan spektra IR hasil penelitian dari Tran, dkk [15].



Gambar 3.6. Spektra IR nano PCC dan nano PCC termodifikasi [15].

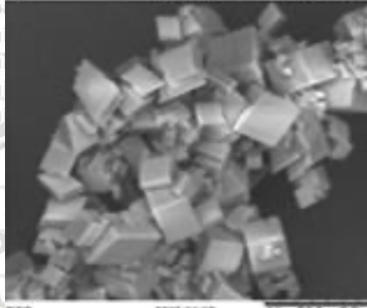
Pada penelitian Tran, dkk [15] tersebut digunakan Natrium Stearat (NaS) sebagai *modifier* PCCnya. Spektrum IR NaS menunjukkan puncak yang kuat pada 3500, 2920.2 dan 2843.5 cm^{-1} . Masing-masing sesuai dengan vibrasi gugus OH, C–H dan C–C. Asam karboksilat gabungan ($-\text{COOH}$), biasanya menunjukkan puncak tipikal pada 1710 cm^{-1} , turun ke 1557 cm^{-1} ketika terjadi ionisasi ($-\text{COOH}$) ke ($-\text{COO}^-$) [15].

3.3.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM merupakan salah satu instrumen yang diakui oleh komunitas peneliti material di dunia karena kemampuannya untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi suatu bahan dengan resolusi yang lebih tinggi sehingga dapat memberikan bantuan “pengelihatan” bagi peneliti untuk dapat mengapati apa yang terjadi di dalam dan sekitar antarmuka sampel yang diuji dengan secara detail [16].

Proses pembentukan gambar pada SEM merupakan proses fisika yang merupakan interaksi korpuskular antara elektron sumber dengan atom pada bahan. SEM harus dioperasikan dengan pengaturan parameter elektron seperti *high voltage*, *spot size*, bias dan *beam*

current juga parameter optik seperti kontras, fokus dan *astigmatismus* yang tepat sehingga diperoleh hasil gambar yang optimal secara ilmiah dan tidak memberikan interpretasi ganda. Selain itu, proses pengambilan gambar dan analisis kimia dengan SEM sangatlah dipengaruhi oleh jenis sampelnya. Contoh hasil dari uji menggunakan SEM ditunjukkan di Gambar 3.5 [10].



Gambar 3.5. Contoh hasil uji menggunakan SEM [10].

3.3.3 TEM

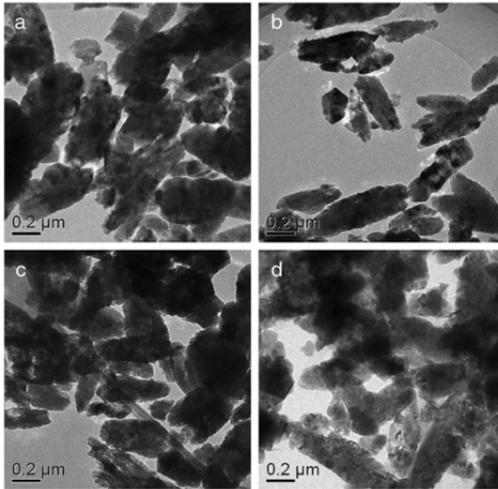
TEM merupakan analisa yang tidak jauh berbeda dengan SEM, memiliki kesamaan fungsi antara lain untuk menentukan ukuran kuantitatif, distribusi ukuran sampel, dan morfologi partikel. Perbedaannya terletak pada penembakkan sampel. Pada SEM, elektron hanya menumbuk sampel dan hasil pendaran tersebut yang ditangkap oleh detektor. Sedangkan pada TEM, sampel disiapkan dengan sangat tipis sehingga elektron dapat menembusnya dan diolah menjadi gambar [17].

Informasi yang didapatkan dari instrumen TEM adalah berupa gambar yang kemudian dapat diplot menggunakan *software image* untuk mengetahui distribusi dan ukuran kuantitas dari suatu partikel. Data berupa partikel-partikel yang diplot kemudian disubstitusikan ke dalam persamaan (4) dan (5) untuk mengetahui besar ukuran dan perbedaan ukuran tiap partikel yang terdistribusi [17]. Contoh hasil dari uji menggunakan TEM ditunjukkan pada Gambar 3.6.

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_1^n d \quad (4)$$

$$\Delta d = \frac{1}{n} \sqrt{\frac{n \sum d^2 - (\sum d)^2}{n-1}} \quad (5)$$

Berbeda dengan SEM, analisa dengan TEM dibutuhkan untuk mengidentifikasi apakah *modifier* sudah melapisi semua bagian PCC ataukah hanya sebagian. Adanya partikel PCC yang membentuk agregat dan saling bertempelan satu sama lain mengindikasikan bahwa pelapisan *modifier* belum berlangsung secara sempurna sehingga mempengaruhi hidrofobisitas PCC yang dihasilkan.



Gambar 3.6. TEM partikel CaCO_3 diperoleh pada suhu yang berbeda dengan *modifier* asam dodekanoat (3,36% wt%) dengan konsentrasi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 5% wt%: (a) 40°C, (b) 60°C, (c) 80°C, dan (d) 90°C [18].

Hasil uji TEM pada Gambar 3.6 merupakan hasil uji dari penelitian Chen dkk, 2010 [18]. Melalui hasil uji yang diperoleh, Chen dkk, mendapatkan informasi bahwa morfologi produk sangat bergantung pada suhu reaksi, dimana pada percobaannya memodifikasi nanopartikel PCC (n-PCC) dengan *modifier* asam dodekanoat, tidak dapat menghasilkan n-PCC berbentuk kubik pada suhu yang lebih tinggi (40-90°C). Morfologi n-PCC yang terbentuk tidak teratur ketika suhu reaksi mencapai 40°C, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.6.a. Ketika suhu reaksi mencapai 60-80°C, terbentuk n-PCC berbentuk spindel dalam jumlah yang kecil. Kemudian, ketika suhu reaksi meningkat menjadi 90°C, diperoleh

hasil n-PCC berbentuk spindel dengan diameter sekitar 200 nm (rasio diameter dengan panjang sekitar 1: 4), seperti ditunjukkan pada Gambar 3.6.d c [18].

3.3.4 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis *powder*-XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran dan kristalinitas partikel PCC hidrofobik yang dihasilkan. Menurut penelitian Azkiya dkk (2017), kristalinitas PCC yang diperoleh diketahui dengan karakterisasi menggunakan *powder*-XRD dan diperoleh struktur PCC dalam bentuk kristal kalsit yang memiliki karakteristik puncak-puncak difraksi pada 2θ yaitu $29,50^\circ$; $36,07^\circ$ dan $39,50^\circ$ [11]. Untuk menentukan ukuran kristal dalam bentuk bubuk, digunakan persamaan Scherrer [17], yaitu:

$$-\tau = \frac{\kappa\lambda}{\beta \cos\theta}$$

keterangan:

τ = ukuran rata-rata dari kristal

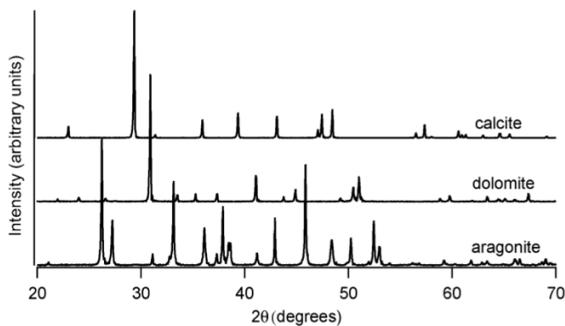
K = faktor bentuk tanpa dimensi, dengan nilai mendekati kesatuan, faktor bentuk memiliki nilai khas sebesar 0,9.

λ = panjang gelombang X-ray yang digunakan

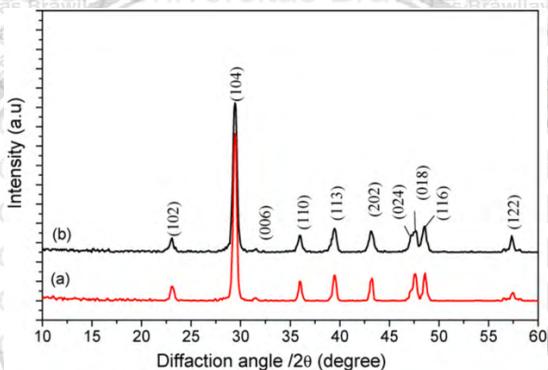
β = garis yang melebar setengah intensitas maksimum (2θ)

θ = sudut Bragg

Xu, dkk (2017) melaporkan kristalinitas berdasarkan analisa *powder*-XRD sampel kalsium karbonat, dimana kalsium karbonat terbagi menjadi 3 bentuk kristal dan memiliki profil difraktogram yang berbeda-beda seperti ditunjukkan di Gambar 3.7 [19]. Pola difraksi dari PCC sesudah penambahan *modifier* diperkirakan dapat mempengaruhi kristalinitas PCC yang dihasilkan. Ditunjukkan pula perbedaan difraktogram dari nanopartikel PCC (n-PCC) sebelum dan sesudah dimodifikasi pada Gambar 3.8 (2a) dan (2b) dari penelitian Tran, dkk [15].



Gambar 3.7. Difraktogram XRD kalsium karbonat [19].



Gambar 3.8. Difraktogram XRD n-PCC (a) n-PCC yang sudah dimodifikasi natrium stearat (b) [15].

3.4. Uji Hidrofobisitas

Pengujian hidrofobisitas dapat dilakukan melalui penentuan rasio aktif dan pengukuran sudut kontak dengan *contact angle analyzer* (CAA). Masing-masing memiliki pendekatan dan menggunakan peralatan yang berbeda.

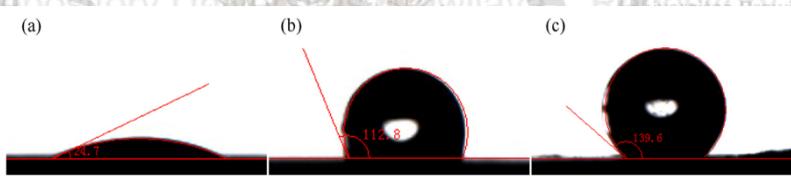
3.4.1 Penentuan Rasio Aktif

Penentuan rasio aktif dilakukan dengan cara analisis sampel dengan uji apung untuk mengetahui derajat hidrofobisitas pada sampel PCC hidrofobik yang dihasilkan. Dalam uji ini digunakan peralatan dan bahan yang sederhana, yakni gelas kimia 250 mL, pengaduk magnet, dan akuades. Cara kerjanya yakni dengan menambahkan sampel PCC hidrofobik ke dalam akuades yang sudah

dimasukkan gelas kimia 250 mL. Kemudian campuran diaduk dengan kuat. Sampel yang terapung kemudian dipisahkan, dikeringkan di udara terbuka, dan setelah kering selanjutnya ditimbang. Selanjutnya rasio aktif diukur dengan cara membandingkan berat sampel yang mengapung dengan berat keseluruhan sampel. Semakin tinggi rasio aktif maka sifat hidrofobisitasnya semakin baik [6].

3.4.2 Pengukuran Sudut Kontak

Hasil pengujian dari instrumen CAA adalah berupa sudut kontak. Sudut kontak adalah sudut yang terbentuk dari dua garis, dimana garis pertama adalah batas antara udara dan zat cair yang ditetaskan dan garis kedua merupakan batas yang terbentuk antara zat cair dan material yang diuji tingkat hidrofobisitasnya. Semakin besar sudut kontak mengindikasikan sifat hidrofobisitas yang lebih tinggi [15]. Contoh hasil pengukuran sudut kontak disajikan di Gambar 3.8. Pada gambar tersebut sudut kontak dari a ke c semakin besar, maka tingkat hidrofobisitasnya dari a ke c semakin tinggi [20].



Gambar 3.9. Hasil pengukuran sudut kontak [19].

Metode pengukuran dengan CAA dinilai paling presisi dan akurat karena pada penentuan rasio aktif, massa sampel yang mengapung bisa jadi masih mengandung air karena tidak dikeringkan secara memadai dengan oven sehingga nilai kesalahannya lebih besar dibandingkan dengan uji sudut kontak menggunakan CAA. Meskipun demikian, metode uji apung ini praktis dan menggunakan peralatan yang lebih sederhana.

3.5 Rincian Data Penelitian dari Jurnal

Seluruh data penelitian yang dirujuk disajikan di Tabel 3.1 yang dilengkapi dengan penulis dan judul literatur, informasi metode dan data hasil penelitian dari tiap-tiap penelitian. Penambahan *modifier* dalam kondisi yang berbeda akan menghasilkan sifat hidrofobisitas

yang berbeda. Banyak faktor yang dapat memengaruhi efek modifikasi. Parameter ini adalah suhu modifikasi, kecepatan pengadukan, dan konsentrasi *modifier*. Pada skripsi ini, parameter yang dikaji adalah suhu saat interaksi antara CaCO_3 dengan *modifier* dan kecepatan pengadukan.

Tabel 3.1. Rincian Data Penelitian

Judul Literatur [pustaka]	Metode; <i>Modifier</i> ; Penentuan Hidrofobisitas	Hasil Penelitian	
		Synthesis of hydrophobic CaCO_3 nanoparticles (Wang, dkk, 2006) [6]	Karbonasi; Natrium Stearat (NaOH + asam stearat); Rasio aktif
Hydrophobic Calcium Carbonate for Cement Surface (Atla, dkk, 2017) [21]	Karbonasi; Asam Stearat; Sudut kontak	30°C: 0° 60°C: 129° 90°C: 124,7° 120°C: 114,83°	150°C: 115,5° Suhu optimum: 60°C
Synthesis and characterization of hydrophobic calcium carbonate particles via a dodecanoic acid inducing process (Wang, dkk, 2010) [8]	Karbonasi; <i>Dodecanoic acid</i> ; Rasio aktif dan Sudut kontak	Rasio aktif: 20°C: 0% 30°C: 84% 40°C: 99,1% 50°C: 99,2% 60°C: 99,3% 70°C: 99,3% 80°C: 99,4% 90°C: 99,5%	Sudut kontak: 20°C: 13° 30°C: 54° 40°C: 91° 50°C: 96° 60°C: 95° 70°C: 94,6° 80°C: 93° 90°C: 92°
The preparation of calcium carbonate with different morphologies under the effect of alkanolamide 6502 (Wang, dkk, 2020) [22]	Karbonasi; Alkanolamide 6502 (2%); Sudut kontak	25°C: 133° 50°C: 125° 80°C: 135°	Suhu optimum: 50°C
Wet Surface Modification of Light Calcium Carbonate Powder by Aluminate Coupling Agent (Li dan Zhang, 2009) [7]	<i>Mixing; aluminate coupling agent</i> ; Sudut kontak	70°C: 65° 90°C: 85° 130°C: 110°	Suhu optimum: 130°C

3.6 Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Hidrofobisitas PCC

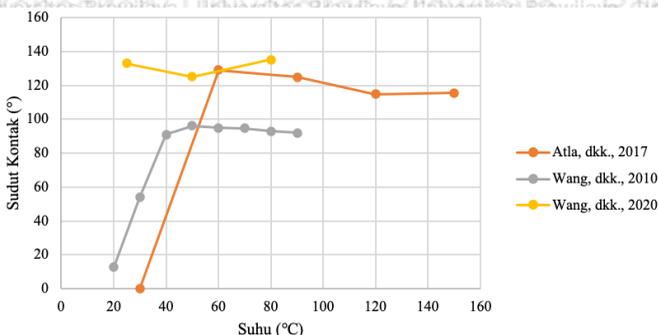
Suhu reaksi mempengaruhi interaksi *modifier* dan CaCO_3 , serta mempengaruhi nukleasi dan laju pertumbuhan CaCO_3 . Oleh karena itu, ukuran partikel, morfologi, dan sifat permukaan CaCO_3 dipengaruhi oleh suhu secara signifikan [6]. Dalam penelitian Wang, dkk (2006), selain sifat hidrofobisitas, panjang partikel rata-rata CaCO_3 hidrofobik dipengaruhi suhu reaksi. Panjang partikel rata-rata meningkat secara bertahap dengan meningkatnya suhu. Ketika suhu meningkat dari 20 hingga 90°C , panjang partikel rata-rata meningkat dari 17,2 menjadi 67,4 nm. Peningkatan panjang partikel menunjukkan bahwa jaringan ruang yang terbentuk pada suhu yang berbeda, menghasilkan perbedaan dalam panjang partikel [6].

Berdasarkan kajian pustaka yang dilakukan, suhu yang rendah menghasilkan PCC dengan sifat hidrofobisitas yang rendah, hal ini ditunjukkan dengan nilai sudut kontak dan rasio aktif kecil. Hal ini dikarenakan *modifier* akan lebih mudah berinteraksi dengan material CaCO_3 pada kondisi suhu tertentu. Namun pada beberapa *modifier* tertentu, tingkat hidrofobisitasnya menurun seiring dengan kenaikan suhu, hal ini dikarenakan kondisi dari penelitian yang dilakukan berbeda-beda. Contohnya pada penelitian Li dan Zhang (2009) [7] yang tidak menggunakan metode sintesis yang sama dengan ke-4 penelitian lainnya, sehingga perlu dilakukan penyesuaian sehingga data yang digunakan lebih sebanding. Ke-4 jurnal lain ([6, 8, 21, 22]) menggunakan metode karbonasi, sehingga dapat dibandingkan (Tabel 3.2). Hubungan antara suhu reaksi dengan sudut kontak dari jurnal [8, 21, 22] disajikan di Gambar 3.9.

Tabel 3.2. Data variasi suhu dan hasil sudut kontak dari PCC hasil sintesis dengan metode karbonasi

Suhu ($^\circ\text{C}$)	Hidrofobisitas (sudut kontak/ $^\circ$)		
	Asam Stearat [21]	Asam Dodekanoat [8]	Alkanolamide 6502 [22]
20	-	13	-
25	-	-	133
30	0	54	-
40	-	91	-
50	-	96	125
60	129	95	-
70	-	94,6	-

80	-	93	135
90	124,7	92	-
120	114,83	-	-
150	115,5	-	-

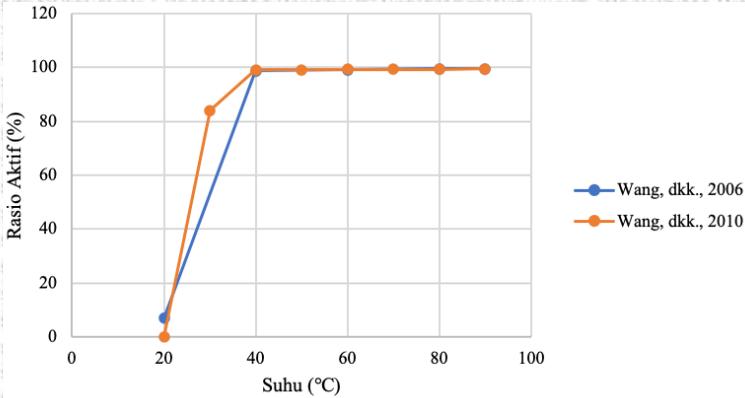


Gambar 3.10. Kurva hubungan suhu reaksi dengan sudut kontak pada CaCO_3 yang disintesis dengan metode karbonasi.

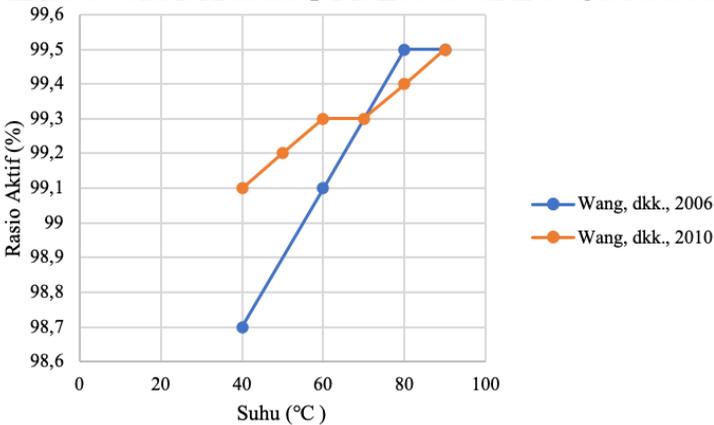
Data dari jurnal Wang dkk (2006) [6] tidak dimasukkan dalam Tabel 3.2 karena hanya mengukur rasio aktif dari PCC yang dihasilkan. Di sisi lain, data dari jurnal Wang, dkk (2010) [8] juga melaporkan hasil pengukuran rasio aktif sehingga data dari kedua penelitian tersebut yang disajikan di Tabel 3.3. Hubungan antara suhu reaksi dengan rasio aktif disajikan di Gambar 3.10. Karena grafik rasio aktif pada suhu 40-90°C di Gambar 3.10 sulit diamati perbedaannya dan terlihat rata maka dibuat kurva perbesaran (Gambar 3.11) untuk mengetahui perbedaan nilai rasio aktif pada suhu 40-90°C.

Tabel 3.3. Data variasi suhu dan hasil rasio aktif metode karbonasi

Suhu (°C)	Hidrofobisitas (rasio aktif)	
	Natrium Stearat [6]	Asam Dodekanoat [8]
20	7	0
30	-	84
40	99,7	99,1
50	-	99,2
60	99,1	99,3
70	-	99,3
80	99,5	99,4
90	99,5	99,5



Gambar 3.11. Kurva hubungan suhu reaksi terhadap rasio aktif.



Gambar 3.12. Perbesaran kurva hubungan suhu reaksi terhadap rasio aktif pada suhu 40-90°C.

Tingkat hidrofobisitas PCC meningkat seiring dengan bertambahnya suhu. Kenaikan tingkat hidrofobisitas secara signifikan terjadi pada suhu 40-60°C [6, 22]. Seandainya pada penelitian Wang, dkk (2006) [6] diukur sudut kontakannya, maka diperkirakan hasilnya tidak berbeda signifikan dengan penelitian Wang, dkk (2020) [22], dimana sifat hidrofobisitas dari CaCO₃ semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi.

Berdasarkan kajian pustaka tersebut, maka diketahui bahwa suhu reaksi mempengaruhi hidrofobisitas CaCO_3 dimana suhu reaksi mempengaruhi interaksi substrat organik dari *modifier* dan kalsium karbonat [8]. Seiring meningkatnya suhu, energi kinetika reaktan akan meningkat sehingga intensitas terjadinya tumbukan antar molekul reaktan semakin tinggi. Oleh karena itu ikatan antara *modifier* dengan CaCO_3 akan terbentuk lebih cepat dan terdistribusi lebih merata di permukaan CaCO_3 yang pada akhirnya meningkatkan hidrofobisitas dari CaCO_3 .

Akan tetapi apabila suhu yang digunakan terlalu tinggi, misalnya 100°C atau lebih, sebagian CaCO_3 dapat terlarut sebagian menjadi ion-ionnya sehingga *modifier* tidak sepenuhnya bereaksi dan melapisi permukaan padatan CaCO_3 . Ketika reaksi telah selesai dan kembali pada suhu ruang, sebagian ion-ion yang terlarut tersebut akan mengendap kembali menjadi padatan CaCO_3 , namun permukaannya tidak terlapisi oleh *modifier*. Dengan kata lain, hidrofobisitas dari CaCO_3 bisa meningkat dan mencapai kondisi optimum pada suhu yang tepat, tergantung jenis senyawa di modifernya.

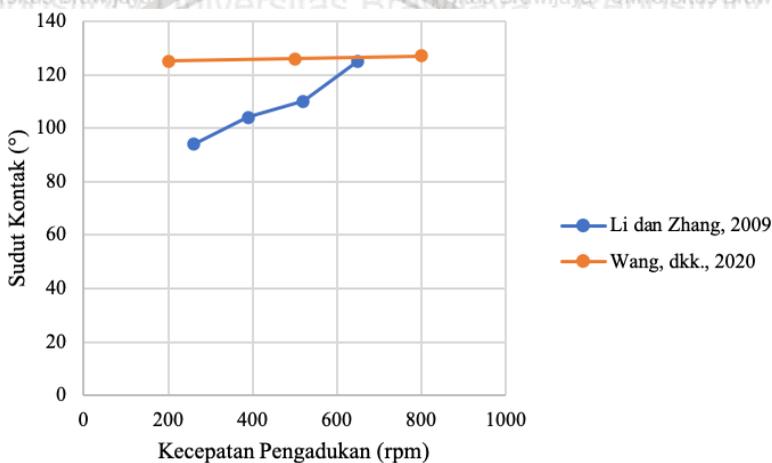
Jenis *modifier* juga mempengaruhi suhu optimum dari reaksi antara *modifier* dengan CaCO_3 . Selain faktor kondisi reaksi, hal tersebut yang menyebabkan setiap penelitian menghasilkan suhu reaksi optimum yang berbeda-beda. Berdasarkan kelima jurnal acuan (Tabel 3.1) beserta pembahasannya maka suhu reaksi optimum berada pada kisaran $40\text{-}60^\circ\text{C}$. PCC dengan hidrofobisitas yang baik diperkirakan akan diperoleh pada rentang suhu tersebut.

3.7 Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Hidrofobisitas PCC

Wang, dkk (2020) melaporkan bahwa kecepatan pengadukan mempengaruhi medan aliran dalam kristalisasi sehingga memengaruhi proses transfer massa kristalisasi [22]. Sedangkan menurut Li dan Zhang (2009) kecepatan pengadukan mempengaruhi tingkat hidrofobisitas secara signifikan, dimana sudut kontak meningkat seiring dengan peningkatan kecepatan pengadukan [7]. Data penelitian tentang pengaruh kecepatan pengadukan terhadap sifat hidrofobisitas disajikan di Tabel 3.4. Sedangkan hubungan antara kecepatan pengadukan dengan nilai sudut kontak PCC yang dihasilkan disajikan di Gambar 3.12.

Tabel 3.4. Data Kecepatan Pengadukan dan hasil sudut kontak

Kecepatan pengadukan (rpm)	Hidrofobisitas (sudut kontak/°)	
	Alkanolamide 6502 (2%; 50°C) [22]	<i>Aluminate Coupling Agent</i> (1,2%; 130°C) [7]
200	125	-
260	-	94
390	-	104
500	126	-
520	-	110
650	-	125
800	127	-



Gambar 3.13. Kurva hubungan kecepatan pengadukan terhadap sudut kontak

Berdasarkan Gambar 3.13, kenaikan kecepatan pengadukan tidak menghasilkan kenaikan sudut kontak yang signifikan untuk *modifier* alkanolamide 6502, sebaliknya dengan *modifier aluminate coupling agent* (ACA) dihasilkan PCC dengan sudut kontak yang meningkat seiring dengan meningkatnya kecepatan pengadukan. Hal ini dikarenakan adanya perbedaan jenis *modifier*, metode reaksi, suhu, dan konsentrasi. *Modifier* alkanolamide 6502 menggunakan metode karbonasi (50°C), sedangkan *modifier* ACA menggunakan metode pencampuran langsung (130°C). Selain itu *modifier* yang digunakan memiliki konsentrasi yang berbeda, yaitu 2% Alkanolamide 6502 dan

1,2% ACA. Kenaikan sudut kontak secara signifikan dapat terjadi karena kecepatan rotasi yang lebih tinggi dapat menyebabkan bubuk CaCO_3 terdispersi secara merata ke dalam larutan. Area kontak antara bubuk CaCO_3 dan *modifier* juga meningkat. Selain itu, dengan peningkatan kecepatan rotasi, gaya geser mekanis juga ditambahkan, yang berkontribusi pada berlangsungnya reaksi kimia fisik antara bubuk CaCO_3 dan *modifier* [7].

Meskipun menunjukkan hasil yang berbeda akibat kondisi reaksi yang berbeda, secara umum diperoleh informasi bahwa kecepatan pengadukan memiliki pengaruh terhadap sifat hidrofobisitas PCC, dimana sudut kontak meningkat seiring dengan meningkatnya kecepatan pengadukan. Hasil ini juga didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Yi, dkk (2018) mengenai pengaruh kecepatan pengadukan pada sintesis *talc* hidrofobik [23]. Penelitian mengenai parameter kecepatan pengadukan pada sintesis PCC masih minim sehingga masih banyak hal yang dapat dikaji lebih lanjut.

Kedua parameter yang dikaji yaitu suhu reaksi dan kecepatan pengadukan secara bersamaan memiliki pengaruh pada kinetika reaksi. Ketika suhu reaksi dan kecepatan pengadukan dinaikkan, maka energi kinetika sistem akan meningkat sehingga pergerakan partikel juga meningkat. Pergerakan partikel yang meningkat ini menyebabkan tumbukan antar partikel juga akan meningkat yang pada akhirnya akan mempercepat reaksi secara keseluruhan. Namun apabila suhu dan kecepatan pengadukan terlalu tinggi, potensi terbentuknya ikatan yang stabil antara PCC dengan *modifier* akan berkurang karena energi sistem yang terlalu tinggi dapat mengganggu pembentukan ikatan antara PCC dengan *modifier*. *Modifier* yang telah berikatan di permukaan PCC dapat terdisosiasi kembali pada suhu tinggi (karena pengaruh suhu atas kelarutan partikel) dan pengadukan dengan kecepatan tinggi (karena pengaruh gangguan tumbukan berlebih). Pelapisan *modifier* di seluruh permukaan PCC juga akan berlangsung dengan tidak optimal karena pergerakan partikel yang terlalu cepat. Interaksi yang kuat antara PCC dengan *modifier* serta pelapisan *modifier* di permukaan PCC berpengaruh terhadap hidrofobisitas PCC yang dihasilkan dan akan terjadi pada kondisi yang tepat dan sesuai yaitu pada suhu dan kecepatan optimum.

Akan tetapi, perlu diperhatikan juga bahwa struktur molekul dan sifat hidrofobisitas dari senyawa yang digunakan sebagai *modifier*

dapat mempengaruhi hidrofobisitas dari PCC yang dihasilkan. Oleh karena itu pengembangan atau penggunaan senyawa lain sebagai *modifier* juga dapat dilakukan misalnya menggunakan senyawa yang lebih ramah lingkungan atau lebih terjangkau namun tetap efisien dalam meingkatkan hidrofobisitas PCC yang dihasilkan.



BAB IV PENUTUP

4.1. Kesimpulan

Berdasarkan kajian pustaka yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Suhu reaksi memberikan pengaruh terhadap hidrofobisitas PCC. Suhu yang terlalu rendah dan terlalu tinggi tidak menghasilkan PCC dengan sudut kontak optimum. Suhu optimum diperoleh pada kisaran 40-60°C.
2. Kecepatan pengadukan memberikan pengaruh terhadap hidrofobisitas PCC. Sudut kontak dari PCC yang dihasilkan meningkat seiring dengan meningkatnya kecepatan pengadukan. Peningkatan sudut kontak hingga 126° diperoleh dengan kecepatan pengadukan 650 rpm.

4.2 Saran

Faktor suhu reaksi dan kecepatan pengadukan perlu dipelajari lebih lanjut (misalnya dengan *modifier* yang lain) untuk mendapatkan material PCC dengan hidrofobisitas yang diinginkan. Jenis senyawa lain sebagai *modifier* juga perlu dikaji karena struktur molekul dan sifat kimia diperkirakan dapat mempengaruhi hidrofobisitas PCC yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Majid, D. A., & Sukojo, B. M. (2017). Pemetaan Potensi Batuan Kapur Menggunakan Citra Satelit Landsat 8 di Kabupaten Tuban. *Jurnal Teknik ITS*, 6(2), A692-697.
2. Rumengan, F. S., & Raya, I. (n.d.). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ dari Batu Kapur dengan Metode Sol-Gel, 9.
3. Zhang, H., Chen, J. F., Zhou, H. K., Wang, G. Q., & Yun, J. (2002). Preparation of Nano-sized Precipitated Calcium Carbonate for PVC Plastisol Rheology Modification. *Journal of Materials Science Letters*, 21(16), 1305–1306.
4. Shimpi, N., Mali, A., Hansora, D. P., & Mishra, S. (2015). Synthesis and Surface Modification of Calcium Carbonate Nanoparticles Using Ultrasound Cavitation Technique. *Nanoscience and Nanoengineering*, 3(1): 8-12.
5. Thenepalli, T., Jun, A. Y., Han, C., Ramakrishna, C., & Ahn, J. W. (2015). A Strategy of Precipitated Calcium Carbonate ($CaCO_3$) Fillers for Enhancing the Mechanical Properties of Polypropylene Polymers. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 32(6), 1009–1022.
6. Wang, C., Sheng, Y., Zhao, X., Pan, Y., Hari-Bala, & Wang, Z. (2006). Synthesis of hydrophobic $CaCO_3$ nanoparticles. *Materials Letters*, 60(6), 854–857.
7. Li, L. C., & Zhang, Y. (2009). Wet Surface Modification of Light Calcium Carbonate Powder by Aluminate Coupling Agent. *Advanced Materials Research*, 79–82, 1967–1970.
8. Wang, C., Piao, C., Zhai, X., Hickman, F. N., & Li, J. (2010). Synthesis and characterization of hydrophobic calcium carbonate particles via a dodecanoic acid inducing process. *Powder Technology*, 4.
9. Lam, T. D., Hoang, T. V., Quang, D. T., & Kim, J. S. (2009). Effect of Nanosized and Surface-Modified Precipitated Calcium Carbonate on Properties of $CaCO_3$ /polypropylene nanocomposites. *Materials Science and Engineering: A*, 501(1–2), 87–93.
10. Wardhani, S., Prasetya, F., Khunur, M. M., Purwonugroho, D., & Prananto, Y. P. (2018). Effect of CO_2 Flow Rate and

Carbonation Temperature in the Synthesis of Crystalline Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from Limestone. *Indonesian Journal of Chemistry*, 18(4), 573.

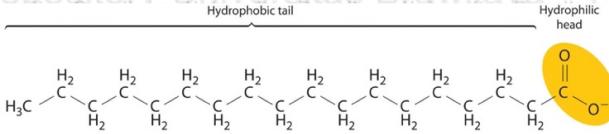
11. Azkiya, N. I., Prasetya, F., Putri, E. D., Rosiana, A., & Wardhani, S. (2017). Synthesis of precipitated Calcium Carbonate (PCC) From Lime Rock Nature Methods Caustic Soda (Studies Concentration HNO₃). *Jurnal Ilmu Dasar*, 17(1), 31.
12. Chun, B. J., Lee, S. G., Choi, J. I., & Jang, S. S. (2015). Adsorption of Carboxylate on Calcium Carbonate (10⁻⁴) Surface: Molecular Simulation Approach. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 474, 9–17.
13. Barber, T. E., Ayala, N. L., Storey, J. M. E., Powell, G. L., Brosey, W. D., & Smyrl, N. R. (2005). Infrared Absorption Spectroscopy. In R. D. Down & J. H. Lehr (Eds.), *Environmental Instrumentation and Analysis Handbook* (pp. 87–117). Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.
14. Cai, G.-B., Chen, S.-F., Liu, L., Jiang, J., Yao, H.-B., Xu, A.-W., & Yu, S.-H. (2010). 1,3-Diamino-2-hydroxypropane-N,N,N',N'-tetraacetic acid stabilized amorphous calcium carbonate: nucleation, transformation and crystal growth. *CrystEngComm*, 12(1), 234–241.
15. Tran, H. V., Tran, L. D., Vu, H. D., & Thai, H. (2010). Facile surface modification of nanoprecipitated calcium carbonate by adsorption of sodium stearate in aqueous solution. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 366(1–3), 95–103.
16. Sujatno, A., Salam, R., & Dimiyati, A. (2015). Studi scanning electron microscopy (SEM) untuk karakterisasi proses oksidasi paduan zirkonium, 9, 7.
17. Universitas Lampung, Setiawati, N., Manurung, P., & Sembiring, S. (2018). Pengaruh Variasi NaOH terhadap Karakteristik Nanosilika Berbasis Batu Apung. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 6(2), 187–192.
18. Chen, Y., Ji, X., Zhao, G., & Wang, X. (2010). Facile preparation of cubic calcium carbonate nanoparticles with hydrophobic properties via a carbonation route. *Powder Technology*, 200(3), 144–148.

19. Xu, B., & Poduska, K. M. (2014). Linking Crystal Structure with Temperature-Sensitive Vibrational Modes in Calcium Carbonate minerals. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 16(33), 17634–17639.
20. Liang, Y., Yu, K., Zheng, Q., Xie, J., & Wang, T.-J. (2018). Thermal Treatment to Improve the Hydrophobicity of Ground CaCO₃ Particles Modified with Sodium Stearate. *Applied Surface Science*, 436, 832–838.
21. Atla, S., Huang, Y.-H., Yang, J., Chen, H.-J., Kuo, Y.-H., Hsu, C.-M., Chen, C.-Y. (2017). Hydrophobic Calcium Carbonate for Cement Surface. *Crystals*, 7(12), 371.
22. Wang, J., Song, J., Ji, Z., Liu, J., Guo, X., Zhao, Y., & Yuan, J. (2020). The Preparation of Calcium Carbonate with Different Morphologies Under the Effect of Alkanolamide 6502. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 588, 227–234.
23. Yi, H., Zhao, Y., Rao, F., & Song, S. (2018). Hydrophobic Agglomeration of Talc Fines in Aqueous Suspensions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 538, 327–332.

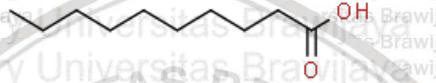


LAMPIRAN

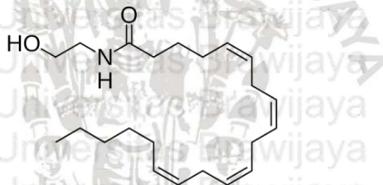
Lampiran A. Struktur Kimia modifier



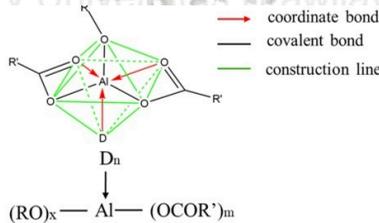
Gambar A.1. Struktur Natrium Stearat



Gambar A.2. Struktur Asam Dodekanoat



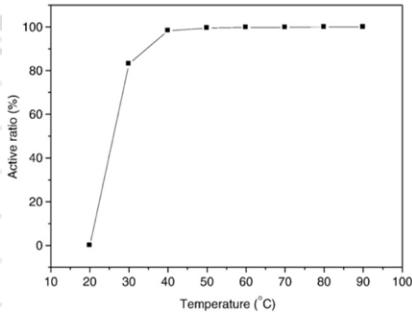
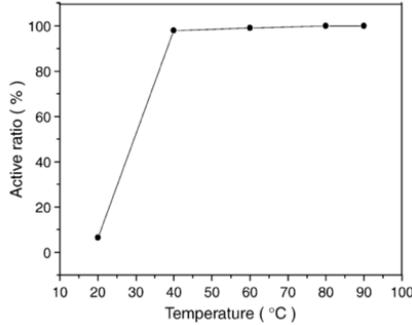
Gambar A.3. Struktur Alkanolamide



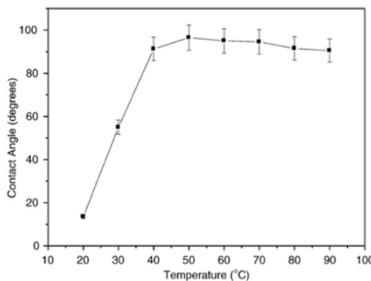
Aluminate coupling agent

Gambar A.4. Struktur Aluminate Coupling Agent (ACA)

Lampiran B. Data hasil penelitian uji hidrofobisitas dari pustaka



Gambar B.1. Kurva pengaruh suhu reaksi terhadap rasio aktif (atas:[6]; bawah [8]).



Gambar B.2. Kurva pengaruh suhu reaksi terhadap sudut kontak [8].

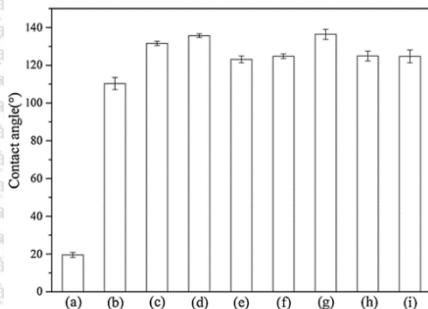
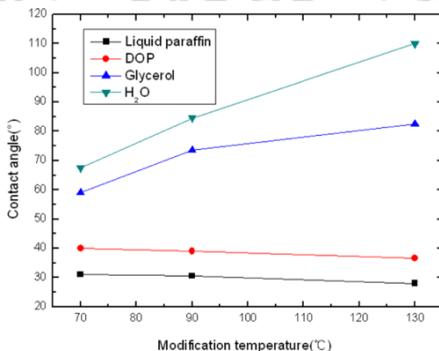
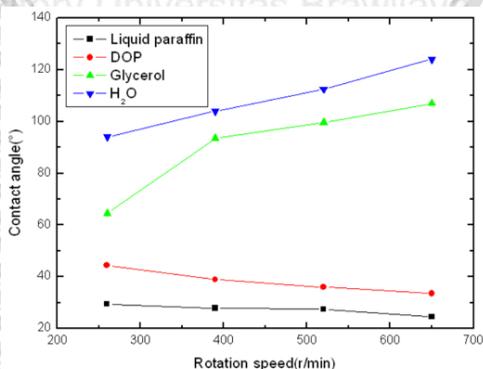


Fig. 15. Contact Angle of products.

Gambar B.3. Hasil uji sudut kontak dari penelitian Wang, dkk (2020) [22].



Gambar B.4. Kurva pengaruh suhu reaksi terhadap sudut kontak [7].



Gambar B.5. Kurva pengaruh kecepatan pengadukan terhadap sudut kontak [7].