

**EKSTRAKSI  $MgCO_3$  DARI LIMBAH *BRINE WATER*  
GUNUNG PANJANG BOGOR MENGGUNAKAN  
KALSINASI PARSIAL**

**SKRIPSI**

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan  
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh :

Muhammad Ali Imran  
3334200084

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA  
CILEGON - BANTEN**

**2024**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**EKSTRAKSI  $MgCO_3$  DARI LIMBAH *BRINE WATER*  
GUNUNG PANJANG BOGOR MENGGUNAKAN  
KALSINASI PARSIAL**

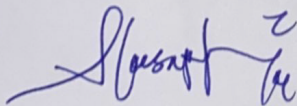
**SKRIPSI**

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan  
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui untuk Jurusan Teknik Metalurgi oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II



**Ir. Soesaptri Oediyani, M.E.**  
NIP. 196006232003122001



**Dr. Eko Sulistiyono, S.T., M.Sc.**  
NIP. 196810221995031001

**LEMBAR PERSETUJUAN**

**EKSTRAKSI  $MgCO_3$  DARI LIMBAH *BRINE WATER*  
GUNUNG PANJANG BOGOR MENGGUNAKAN  
KALSINASI PARSIAL**

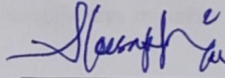
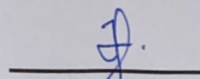
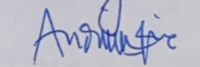
**SKRIPSI**

Disusun dan diajukan oleh:

**Muhammad Ali Imran**

**3334200084**

Telah disidangkan di depan dewan penguji pada tanggal 11 Juli 2024

	Susunan Dewan Penguji	Tanda Tangan
Penguji I	: Ir. Soesaptri Oediyani, M. E	
Penguji II	: Dr. Eko Sulistiyono, S.T., M.Sc.	
Penguji III	: Andinnie Juniarsih, S.T., M.T.	

Skripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

Mengetahui

Ketua Jurusan Teknik Metalurgi



**Abdul Aziz, S.T., M.T., Ph.D.**

NIP. 198003072005011002

## LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis Skripsi berikut:

Judul : Ekstraksi  $MgCO_3$  Dari Limbah *Brine Water* Gunung Panjang  
Bogor Menggunakan Kalsinasi Parsial

Nama Mahasiswa : Muhammad Ali Imran

NIM : 334200084

Fakultas : Teknik

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi tersebut di atas adalah benar-benar hasil karya asli saya dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila dikemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar ini.

Cilegon, 11 juli 2024

  
  
**Muhammad Ali Imran**  
NIM.3334200084

## ABSTRAK

Magnesium karbonat merupakan salah satu mineral magnesium berbasis karbonat, dengan nama mineral *hydromagnesite*. Aplikasi material magnesium karbonat digunakan untuk pemutih kertas, industri otomotif dan bahan kosmetik. Indonesia sebagai negara kepulauan memiliki sumber daya berbasis magnesium yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan magnesium karbonat seperti dolomit, magnesite, limbah garam (*bittern*) dan limbah pengolahan *brine water geothermal*. Limbah pengolahan *brine water* Gunung Panjang Bogor memiliki berbagai macam senyawa karbonat golongan II seperti magnesium karbonat, kalsium karbonat dan stronsium karbonat. Pada penelitian ini akan dilakukan proses ekstraksi magnesium karbonat dari limbah pengolahan litium berupa padatan yang mengandung magnesium karbonat, kalsium karbonat dan stronsium karbonat. Pada penelitian ini proses yang digunakan adalah proses kalsinasi magnesium karbonat secara parsial pada temperatur 600°C-700°C. Variabel penelitian pada proses kalsinasi parsial yaitu variasi temperatur kalsinasi (650, 675, 700 dan 750°C) dan waktu kalsinasi (2, 4 dan 6 jam). Setelah dilakukan kalsinasi akan dilakukan proses lanjutan yaitu *slaking*, karbonatasi, dan kristalisasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses kalsinasi terbaik adalah pada temperatur 700°C dan waktu proses 2 jam. Hasil terbaik diperoleh magnesium yang terekstraksi adalah 46%, dengan kadar kemurnian 72% dengan nilai persen ekstraksi 74,2%.

**Kata Kunci:** Kalsinasi Parsial, Limbah *Brine Water*, Magnesium Karbonat, Kalsium Karbonat, Temperatur

## KATA PENGANTAR

Penulis mengucapkan puji dan syukur kepada Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu untuk menyelesaikan skripsi dengan judul “Ekstraksi  $MgCO_3$  dari Limbah *Brine Water* Gunung Panjang Bogor Menggunakan Kalsinasi Parsial”. Penulisan skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik di Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Penulis menyadari proses penulisan skripsi ini banyak dibantu oleh beberapa pihak, maka penulis mengucapkan terima kasih dengan tulus kepada:

1. Bapak Abdul Aziz, S.T., M.T., Ph.D. selaku Ketua Jurusan dan Bapak Rahman Faiz Suwandana, S.T., M.S. selaku Koordinator Skripsi Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
2. Ibu Ir. Soesaptri Oediyani, M.E. selaku pembimbing 1 dan Bapak Dr. Eko Sulistiyono, S.T., M.Sc. selaku pembimbing II, yang telah memberikan bimbingan, saran, masukan, semangat, dan motivasi kepada penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
3. Kedua orang tuaku Bapak Roni Mario dan Ibu Sriemilia, Ayah dan Ibu tersayang yang selalu mendoakan untuk kebaikan anaknya, selalu memberikan kasih sayang, cinta, dukungan dan motivasi.
4. Seluruh Sivitas Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) – Serpong yang senantiasa memberikan arahan kepada penulis selama melakukan penelitian.

5. Teman- teman grup "Panitia Hari Kiamat", KP Aneka Tambang, Brin gedung 470 dan 225, PSDM, Metalurgi angkatan 2020 yang telah membantu penulis selama masa perkuliahan hingga menyelesaikan penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih memiliki kekurangan, sehingga penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Penulis berharap bahwa skripsi ini dapat memberikan manfaat yang signifikan, baik bagi penulis sendiri maupun para pembaca. Selain itu, penulis berharap karya ini dapat menjadi referensi yang berguna bagi penelitian lebih lanjut di masa depan.

Cilegon, 11 Juli 2024

Muhammad Ali Imran  
NIM.3334200084

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>LEMBAR PERSETUJUAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>BAB I     PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Identifikasi Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Ruang Lingkup .....	4
1.5 Sistematika Penulisan .....	5
<b>BAB II    TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Magnesium Karbonat .....	7
2.2 Pembuatan Magnesium Karbonat .....	10
2.3 Kalsinasi Unsur Golongan II .....	16
2.4 Limbah Pengolahan Litium .....	20
<b>BAB III   METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Diagram Alir Penelitian .....	24
3.2 Alat dan Bahan .....	27



3.2.1	Alat-alat yang Digunakan .....	27
3.2.2	Bahan-bahan yang Digunakan .....	28
3.3	Prosedur Penelitian .....	28
3.3.1	Preparasi Sampel .....	29
3.3.2	Tahapan Kalsinasi Parsial .....	30
3.3.3	Tahapan Proses <i>Slaking</i> .....	31
3.3.4	Tahapan Proses Karbonatasi .....	33
3.3.5	Tahapan Proses Kristalisasi .....	34
3.4	Karakterisasi .....	35
3.4.1	Karakterisasi DTA-TGA ( <i>Differential Thermal Analysis Thermogravimetry Analysis</i> ) .....	35
3.4.2	Karakterisasi ICP-OES ( <i>Inductively Coupled Plasma- Optical Emission Spectrometry</i> ) .....	36
3.4.3	Karakterisasi XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	37
3.4.4	Karakterisasi XRF ( <i>X-Ray Flourescence</i> ) .....	38
3.4.5	Karakterisasi SEM-EDS ( <i>Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> ) .....	39
3.5	Keterangan Sampel .....	42

## **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1	Karakterisasi Sampel Awal .....	41
4.1.1	Karakterisasi XRF .....	41
4.1.2	Karakterisasi DTA-TGA .....	42
4.1.3	Karakterisasi XRD .....	43
4.2	Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi Parsial .....	44
4.3	Proses <i>Slaking</i> .....	50
4.4	Proses Karbonatasi .....	52

4.5 Proses Kristalisasi .....	53
4.5.1 Filtrat .....	54
4.5.2 Residu .....	57
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	61
5.2 Saran .....	61
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>63</b>
<b>LAMPIRAN A CONTOH PERHITUNGAN .....</b>	<b>66</b>
<b>LAMPIRAN B DATA PENELITIAN .....</b>	<b>70</b>
<b>LAMPIRAN C GAMBAR ALAT DAN BAHAN .....</b>	<b>81</b>

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
Tabel 2.1 Sifat Fisik Senyawa $MgCO_3$ .....	8
Tabel 2.2 Hasil Kalsinasi Mineral Dolomit.....	12
Tabel 2.3 Sifat Termodinamika Magnesium Karbonat .....	18
Tabel 2.4 Sifat Termodinamika Kalsium Karbonat.....	19
Tabel 2.5 Sifat Termodinamika Stronsium Karbonat.....	20
Tabel 2.6 Komposisi Kimia Brine water Bogor.....	21
Tabel 2.7 Komposisi Kimia Brine Water Idan Bittern di Lapangan Geothermal Ciseeng .....	23
Tabel 3.1 Alat-alat yang Digunakan dalam Penelitian .....	27
Tabel 3.2 Alat-alat Karakterisasi yang Digunakan dalam Penelitian .....	28
Tabel 3.3 Bahan-bahan yang Digunakan dalam Penelitian .....	28
Tabel 3.4 Keterangan Sampel Kalsinasi .....	40
Tabel 4.1 Karakterisasi Awal XRF Limbah <i>Brine Water</i> .....	42
Tabel 4.2 Hasil Kalsinasi Limbah <i>Brine Water</i> .....	46
Tabel 4.3 Hasil Proses <i>Slaking</i> .....	51
Tabel 4.4 Hasil Analisis ICP-OES pada Padatan <i>Slaking</i> .....	52
Tabel 4.5 Hasil Proses Karbonatasi .....	53
Tabel B.1 Data XRF Awal Limbah <i>Brine Water</i> .....	71
Tabel B.2 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi $700^{\circ}C$ ; 2 jam .....	71
Tabel B.3 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi $750^{\circ}C$ ; 2 jam .....	72
Tabel B.4 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi $750^{\circ}C$ ; 4 jam .....	72

Tabel B.5 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 650°C ; 6 jam .....	72
Tabel B.6 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 675°C ; 6 jam .....	73
Tabel B.7 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 700°C ; 6 jam .....	73
Tabel B.8 Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 750°C ; 6 jam .....	73
Tabel B.9 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 700°C ; 2 jam .....	74
Tabel B.10 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 750°C ; 2 jam .....	74
Tabel B.11 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 750°C ; 4 jam .....	74
Tabel B.12 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 650°C ; 6 jam .....	75
Tabel B.13 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 650°C ; 6 jam .....	75
Tabel B.14 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 650°C ; 6 jam .....	75
Tabel B.15 Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 750°C ; 6 jam .....	76
Tabel B.16 Data ICP-OES Sampel Sebelum Kalsinasi .....	76
Tabel B.17 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 700°C ; 2 jam .....	77
Tabel B.18 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 750°C ; 2 jam .....	77
Tabel B.19 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 750°C ; 4 jam .....	78
Tabel B.20 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 650°C ; 6 jam .....	78
Tabel B.21 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 6750°C ; 6 jam .....	79
Tabel B.22 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 700°C ; 6 jam .....	79
Tabel B.23 Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 750°C ; 6 jam .....	80

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Halaman</b>
Gambar 2.1 Hasil XRD Kalsinasi Parsial Mineral Dolomit.....	13
Gambar 2.2 Pengaruh Kalsinasi Pada Hasil Analisis XRD TiO <sub>2</sub> .....	15
Gambar 2.3 Limbah Hasil Pengolahan Brine Water .....	22
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian .....	26
Gambar 3.2 Limbah Hasil Pengolahan Brine Water .....	29
Gambar 3.3 Proses Reduksi Ukuran Sampel .....	30
Gambar 3.4 Tahapan Proses Kalsinasi Parsial .....	31
Gambar 3.5 Tahapan Proses Slaking .....	32
Gambar 3.6 Tahapan Proses Karbonatasi .....	33
Gambar 3.7 Tahapan Proses Kristalisasi .....	34
Gambar 3.8 Alat Karakterisasi DTA-TGA .....	35
Gambar 3.9 Alat Karakterisasi ICP-OES .....	36
Gambar 3.10 Alat Karakterisasi XRD .....	37
Gambar 3.11 Alat Karakterisasi XRF .....	38
Gambar 3.12 Alat Karakterisasi SEM-EDS .....	39
Gambar 4.1 Karakterisasi DTA-TGA Limbah Brine Water .....	43
Gambar 4.2 Karakterisasi XRD Limbah Brine Water .....	44
Gambar 4.3 Nilai $\Delta G^\circ$ Reaksi Dekomposisi MgCO <sub>3</sub> dan CaCO <sub>3</sub> .....	45
Gambar 4.4 Grafik Persen Berat Terbaik Hasil Kalsinasi .....	46
Gambar 4.5 Karakterisasi XRD pada sampel 700°C, 2 jam; 750°C, 2 jam; 750°C, 4jam; 650°C, 6jam; 675°C, 6jam; 700°C, 6jam dan 750°C, 6jam... 47	

Gambar 4.6 Hasil Kalkulasi Persentase Fasa pada Proses Kalsinasi Limbah <i>Brine Water</i> .....	50
Gambar 4.7 Karakterisasi XRF Kristal Hasil Filtrasi .....	54
Gambar 4.8 Karakterisasi XRD Kristal Hasil Kristal Filtrasi Sampel 700°C;2jam, 700°C;6jam .....	56
Gambar 4.9 Hasil Karakterisasi SEM-EDS Kristal Hasil Filtrasi Sampel 700°C;2jam .....	57
Gambar 4.10 Karakterisasi XRF Pada Residu Karbonatasi .....	58
Gambar 4.11 Karakterisasi XRD Kristal Hasil Filtrasi Sampel 700°C;2jam, 650°C;6jam .....	59
Gambar 4.12 Hasil Karakterisasi SEM Residu Sampel 700°C;2jam.....	60
Gambar C.1 Asam Klorida .....	82
Gambar C.2 Asam Nitrat .....	82
Gambar C.3 <i>Aquadest</i> .....	82
Gambar C.4 Ayakan .....	82
Gambar C.5 Botol Plastik 100 ml .....	82
Gambar C.6 Batang Pengaduk .....	82
Gambar C.7 Bulb .....	82
Gambar C.8 Cawan Porselin .....	82
Gambar C.9 Corong .....	83
Gambar C.10 Erlenmeyer .....	83
Gambar C.11 Gelas Beaker .....	83
Gambar C.12 Gelas Ukur .....	83
Gambar C.13 <i>Hot Plate</i> .....	83
Gambar C.14 Kaca Arloji .....	83
Gambar C.15 Kertas Saring .....	83
Gambar C.16 Labu Ukur .....	83

Gambar C.17 Limbah <i>Brine Water</i> .....	84
Gambar C.18 Mortar .....	84
Gambar C.19 <i>Muffle Furnace</i> .....	84
Gambar C.20 Neraca Digital .....	84
Gambar C.21 pH Meter .....	84
Gambar C.22 Pipet Tetes .....	84
Gambar C.23 Pipet Volume .....	84
Gambar C.24 Sarung Tangan Latex .....	84
Gambar C.25 Sarung Tangan Tahan Panas .....	85
Gambar C.26 <i>Magnetic Bar</i> .....	85
Gambar C.27 Spatula .....	85
Gambar C.28 Oven .....	85
Gambar C.29 Tang Penjepit .....	85
Gambar C.30 Termometer .....	85
Gambar C.31 Gas CO <sub>2</sub> .....	85

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Magnesium karbonat ( $\text{MgCO}_3$ ) adalah salah satu senyawa anorganik yang mengandung magnesium dalam bentuk kombinasi karbonat, hidrat, dan hidroksida. Biasanya berupa serbuk putih mengkilap, amorf, tidak berbau, dan tidak berasa, serta memiliki kemampuan untuk menyerap dan menyimpan bau dengan efektif. Sifat lainnya termasuk tidak larut dalam air dan alkohol [1]. Magnesium karbonat digunakan sebagai bahan pengisi dalam produk industri seperti polimer. Fungsinya sebagai bahan pengisi bersaing dengan material lain seperti kalsium karbonat, silika, feldspar, kaolin, dan oksida mineral lainnya [2].

Hingga saat ini magnesium karbonat yang terdapat di Indonesia pada umumnya masih impor karena tidak ada magnesium karbonat di alam. Oleh karena itu magnesium karbonat perlu dibuat secara sintetik dengan bahan baku alam berbasis magnesium seperti dolomit, limbah usaha pertambangan garam berupas air *bittern* dan dari limbah pengolahan litium dari dari *brine water*. Pembuatan magnesium karbonat Pembuatan magnesium karbonat diawal dari bahan baku yaitu dolomit. Dolomit dilakukan kalsinasi untuk menghasilkan kalsin dalam bentuk  $\text{MgO}$ . Kalsin dilanjutkan proses slaking dan selanjutnya dilakukan karbonatasi menghasilkan magnesium bikarbonat. Setelah itu, magnesium bikarbonat dipanaskan untuk membentuk endapan magnesium karbonat. Pembuatan



magnesium karbonat dari air laut dilakukan dengan cara melakukan pengendapan terhadap magnesium diubah menjadi magnesium hidroksida dengan penambahan kapur. Setelah magnesium hidroksida mengendap, endapan tersebut dicuci dengan air untuk menghilangkan silika dan lempung. Selanjutnya, endapan direaksikan dengan asam hidroklorida dan asam sulfat, kemudian larutan hasil penyaringan dikeringkan untuk menghasilkan granul magnesium klorida. Bahan ini akan digunakan sebagai bahan baku dalam sel elektrolisis [4]

Pada penelitian yang dilakukan oleh Lelasari, dkk (2017) [14] dapat diketahui komposisi kimia *brine water* yang terdapat di pemandian air panas Tirtasanita, Ciseeng Bogor seperti kalsium, kalium, litium, magnesium dan natrium. Pada penelitian yang dilakukan Lelasari dilakukan penguapan *brine water* diikuti dengan pengendapan K dan Mg yang kemudian dilakukan pemurnian *brine water*, dengan cara pertukaran ion untuk menghilangkan pengotor lainnya. Hasil pengolahan *brine water* yang dilakukan Lelasari, dkk (2017) menghasilkan produk berupa endapan. Disisi lain berdasarkan hasil penelitian sebelumnya ternyata limbah pengolahan litium dari *brine water* yang berasal dari Gunung Panjang berpotensi untuk diolah menjadi magnesium karbonat. Hal ini dapat dilihat dari kandungan limbah berupa magnesium karbonat, kalsium karbonat dan strontium karbonat. Senyawa tersebut jika dipisahkan satu persatu maka limbah tersebut dapat dihasilkan produk yang bermanfaat.

Pada penelitian ini merupakan rintisan untuk mencoba memisahkan limbah tersebut menjadi magnesium karbonat, kalsium karbonat dan stronsium karbonat. Salah satu cara yang terbukti efektif memisahkan ketiga bahan tersebut adalah

melalui proses kalsinasi secara bertahap atau parsial. Berdasarkan hasil pengujian DTA-TG terlihat bahwa temperatur peruraian senyawa karbonat antara magnesium, kalsium dan stronsium berbeda. Sementara itu jika dipisahkan secara kimia ketiga senyawa tersebut yaitu senyawa berbasis magnesium, kalsium dan stronsium memiliki sifat yang hampir sama karena ketiga unsur tersebut sama sama golongan II yaitu logam alkali tanah.

## 1.2 Identifikasi Masalah

Permasalahan dalam pengolahan limbah ekstraksi litium dari *brine water* adalah komposisi limbah tersebut yang tergolong dalam senyawa karbonat yaitu magnesium karbonat, kalsium karbonat dan stronsium karbonat. Komposisi limbah tersebut tidak terlalu berdampak terhadap kerusakan lingkungan karena tidak mengandung logam berat, tetapi sangat disayangkan jika hanya menumpuk dan tidak dimanfaatkan karena membutuhkan biaya untuk menyimpan limbah tersebut dan masih memiliki nilai ekonomis dari senyawa-senyawa yang terkandung di dalamnya. Jika proses pemisahan limbah tersebut dilakukan secara kimiawi akan sulit dilakukan karena senyawa yang terkandung di dalamnya senyawa karbonat magnesium, kalsium dan stronsium yang mana ketiga unsur tersebut termasuk ke dalam golongan II, oleh sebab itu proses pemisahan menggunakan bahan kimia cenderung sulit dilakukan karena sifat yang mirip. Proses pemisahan pada penelitian ini dilakukan pendekatan melalui proses kalsinasi karena ketiga unsur tersebut memiliki perbedaan yang mencolok dari perbedaan nilai  $\Delta G^\circ$  yang memiliki rentang antara masing-masing senyawa untuk beraksi.

### 1.3 Tujuan Penelitian

Dari permasalahan yang ada maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengamati proses kalsinasi pada temperatur kalsinasi magnesium karbonat dalam rentang temperatur rendah 600°C sampai 750°C, apakah pada temperatur tersebut senyawa kalsium dan stronsium sudah terkalsinasi.
2. Memperoleh senyawa magnesium karbonat sebagai produk proses pemisahan limbah pengolahan litium dari *brine water*.
3. Target perolehan magnesium adalah 90% unsur magnesium terambil dalam limbah pengolahan litium dari *brine water* yang mengandung magnesium karbonat, kalsium karbonat dan *strontium* karbonat.

### 1.4 Ruang Lingkup

Ruang lingkup untuk penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan adalah limbah *brine water* dari Gunung Panjang, Bogor
2. Proses kalsinasi menggunakan *muffle furnace*
3. Proses karbonatasi menggunakan gas CO<sub>2</sub> dengan perbandingan 100g hasil *slaking*/1000 ml *aquadest* selama 5 menit
4. Pemisahan residu dan filtrat dilakukan dengan metode filtrasi dan filtrat dipanaskan sampai temperatur 90°C
5. Parameter penelitian terdiri dari variabel tetap dan variabel bebas

Variabel tetap:

- a. Ukuran Sampel 60#
- b. Waktu karbonatasi 45 menit
- c. Perbandingan kalsin dan *aquadest* 2:5

Variabel bebas:

- a. Temperatur kalsinasi : 650, 675, 700 dan 750°C
  - b. Lamanya waktu kalsinasi: 2, 4 dan 6 jam
6. Karakterisasi sampel menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES), *Thermo Gravimetric Analysis* (TGA), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *X-Ray Fluorescence* (XRF)
  7. Penelitian dilakukan di Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) Pusat Riset Metalurgi-Serpong

## 1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan skripsi ini terdiri dari lima bab. Pada bab I berisi tentang latar belakang dilakukannya penelitian pemisahan logam magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang Bogor menggunakan kalsinasi parsial, rumusan masalah, tujuan dilakukannya penelitian, ruang lingkup dan sistematika penulisan. Pada bab II berisi tentang tinjauan pustaka berupa teori-teori yang memperkuat penelitian ini yang terdiri dari magnesium karbonat, pembuatan magnesium karbonat, kalsinasi unsur golongan II dan limbah pengolahan litium. Pada bab III membahas metode penelitian yang disajikan dalam diagram alir penelitian, alat dan bahan yang digunakan saat penelitian serta prosedur yang akan

dilakukan saat penelitian. Pada bab IV membahas tentang hasil dan pembahasan hasil penelitian yang dilakukan. Pada bab V berisi kesimpulan dan saran yang berkaitan dengan penelitian yang telah dilakukan. Selanjutnya terdapat daftar pustaka yang berisi tentang referensi yang digunakan dalam melakukan penelitian ini.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Magnesium Karbonat

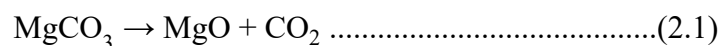
Magnesium karbonat ( $\text{MgCO}_3$ ) adalah salah satu senyawa anorganik yang mengandung magnesium dalam bentuk kombinasi karbonat, hidrat, dan hidroksida. Biasanya berupa serbuk putih mengkilap, amorf, tidak berbau, dan tidak berasa, serta memiliki kemampuan untuk menyerap dan menyimpan bau dengan efektif. Sifat lainnya termasuk tidak larut dalam air dan alkohol [1]. Secara umum  $\text{MgCO}_3$  bisa didapatkan secara langsung melalui mineral magnesit, yang merupakan bentuk anhidrat dari magnesium karbonat.

Magnesium karbonat menunjukkan berbagai karakteristik yang beragam disebabkan oleh kandungan air yang membentuk struktur kristal yang berbeda-beda. Perbedaan dalam struktur kristal ini menghasilkan variasi sifat-sifat magnesium karbonat. Secara umum, magnesium karbonat yang ditemukan alami hadir dalam bentuk anhidrat dan hidrat dengan rumus umum  $\text{MgCO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Beberapa mineral yang termasuk dalam kelompok ini adalah magnesit ( $\text{MgCO}_3$ ), yang merupakan magnesium karbonat anhidrat; *baringtonite* ( $\text{MgCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), yang merupakan magnesium karbonat dihidrat; *nasquehonite* ( $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), yang berbentuk magnesium karbonat trihidrat; dan *lansfordite* ( $\text{MgCO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), yang merupakan magnesium karbonat pentahidrat [1]. Sifat fisik dari magnesium karbonat dapat dilihat pada Tabel 2.1:

**Tabel 2.1** Sifat Fisik Senyawa MgCO<sub>3</sub> [2]

No	Mineral	Struktur Kristal	Indeks Reflaksi	Massa	Kelarutan
				Jenis (g/ml)	Air (g/100 ml)
1	<i>Magnesite</i>	Trigonal	1,717	2,958	5,900
2	<i>Berringtonite</i>	Triklin	1,458	2,825	0,375
3	<i>Nesquehonite</i>	Monoklin	1,412	1,837	0,375
4	<i>Landsfordite</i>	Monoklin	1,456	1,730	0,375
5	Artinit	Monoklin	1,448	2,020	-
6	<i>Hydromagnesite</i>	Monoklin	1,523	2,160	-
7	<i>Dypingite</i>	Monoklin	1,508	-	-
8	Oktahidrat	Monoklin	1,515	-	-

Magnesium karbonat ditemukan di alam dalam bentuk mineral hidrat, *basic* dan padatan garam. *Magnesite* (MgCO<sub>3</sub>) dan *Dolomite* (CaCO<sub>3</sub>.MgCO<sub>3</sub>) merupakan dua mineral utama untuk memproduksi logam magnesium (Mg). Penggunaan utama MgCO<sub>3</sub> adalah untuk memproduksi *refractory* dengan cara menghilangkan senyawa karbonatnya dengan metode kalsinasi akan menghasilkan senyawa MgO [3]. Berikut merupakan reaksi dekomposisi MgCO<sub>3</sub>:



Magnesium karbonat sendiri merupakan sebuah senyawa yang mengandung unsur magnesium sebagai unsur dasarnya. Maka dari itu, bahan baku yang digunakan dalam proses pembuatan magnesium karbonat merupakan mineral yang mengandung magnesium. Terdapat dua proses dalam pembuatan magnesium

karbonat, yaitu menggunakan metode *pyrometallurgy* dan *hydrometallurgy* [1]. Pembuatan magnesium karbonat diawal dari bahan baku yaitu dolomit. Dolomit dilakukan kalsinasi untuk menghasilkan kalsin dalam bentuk MgO. Kalsin dilanjutkan proses *slaking* dan selanjutnya dilakukan karbonatasi menghasilkan magnesium bikarbonat. Setelah itu, magnesium bikarbonat dipanaskan untuk membentuk endapan magnesium karbonat [1].

Magnesium dapat diperoleh melalui sumber air asin. PT Dow Chemical Company merupakan salah satu perusahaan yang menggunakan air laut sebagai sumber magnesium. Proses yang dilakukan dengan cara melakukan pengendapan terhadap magnesium diubah menjadi magnesium hidroksida dengan penambahan kapur. Setelah magnesium hidroksida mengendap, endapan tersebut dicuci dengan air untuk menghilangkan silika dan lempung. Selanjutnya, endapan direaksikan dengan asam hidroklorida dan asam sulfat, kemudian larutan hasil penyaringan dikeringkan untuk menghasilkan granul magnesium klorida. Bahan ini akan digunakan sebagai bahan baku dalam sel elektrolisis [4]. Selain dengan proses elektrolisis untuk mendapatkan magnesium bisa juga didapatkan dengan cara reduksi termal. MgO sintetik diperoleh dari air laut atau brine water melalui jalur basah biasanya menunjukkan kemurnian, reaktivitas, dan luas permukaan spesifik yang lebih tinggi (SSA) dibandingkan dengan MgO yang diperoleh dari kalsinasi magnesit melalui jalur kering. Karena keunggulan ini, MgO yang disintesis secara kimia melalui jalur basah dari brine water dapat digunakan dalam aplikasi secara luas [5].



Secara umum, magnesium karbonat digunakan sebagai bahan pengisi dalam produk industri seperti polimer. Fungsinya sebagai bahan pengisi bersaing dengan material lain seperti kalsium karbonat, silika, feldspar, kaolin, dan oksida mineral lainnya [2]. Di industri otomotif, magnesium karbonat digunakan, misalnya, dalam pembuatan ban kendaraan untuk mengurangi jumlah asap, menggantikan penggunaan aluminium trihidrat. ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) yang harganya lebih mahal, untuk harga aluminium trihidrat di *marketpalce* berkisar antara Rp.650.000,00-1.000.000,00/kg sedangkan untuk magnesium karbonat Rp.60.000,00/kg. Sebagai bahan penguat karet pada ban kendaraan ditambahkan 30% dari berat karet yang digunakan. Magnesium karbonat digunakan dalam industri cat dan tinta untuk meningkatkan kecerahan warna tinta, sehingga mencetak hasil yang lebih menarik. Selain itu, menggantikan 45% konsumsi  $\text{TiO}_2$  dengan magnesium karbonat dapat memperpanjang umur pemakaian cat [2].

## 2.2 Pembuatan Magnesium Karbonat

Proses ekstraksi magnesium karbonat dari dolomit diawali memperbesar luas permukaan dari dolomit dengan cara mereduksi ukurannya hingga 1-2 cm menggunakan *jaw crusher*. Kemudian dolomit dilakukan kalsinasi untuk mengubah fasa  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$  menjadi  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgO}$ . Kalsin selanjutnya dilarutkan dengan *aquadest* untuk membentuk  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . Selanjutnya tahapan selanjutnya merupakan proses karbonatasi. Karbonatasi dilakukan dengan menambahkan 70 g endapan  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  ke dalam 1 liter *aquadest*. Dilakukan injeksi gas karbondioksida selama  $\pm$  45 menit sampai pH larutan menjadi 8. Filtrat karbonatasi dilakukan proses

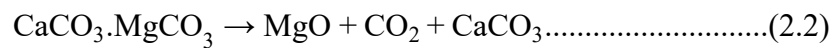
kristalisasi hingga membentuk endapan putih. Temperatur yang dipakai pada proses kristalisasi adalah 90°C [6].

Proses kalsinasi didefinisikan sebagai *pretreatment* bijih pada temperatur tinggi tetapi masih di bawah titik leleh tanpa disertai penambahan reagen dengan maksud untuk dekomposisi dan penghilangan air kristal [7]. Pada tahap awal proses kalsinasi, terjadi reaksi dekomposisi yang bersifat endotermik dengan tujuan untuk mengeluarkan gas-gas dari senyawa-senyawa karbonat atau hidroksida, sehingga menghasilkan serbuk berupa oksida dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kalsinasi diperlukan untuk mempersiapkan serbuk yang akan diproses lebih lanjut, mencapai ukuran partikel yang optimal, serta mengubah senyawa-senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal.

Proses kalsinasi didefinisikan sebagai *pretreatment* bijih pada temperatur tinggi tetapi masih di bawah titik leleh tanpa disertai penambahan reagen dengan maksud untuk dekomposisi dan penghilangan air kristal [7]. Pada tahap awal proses kalsinasi, terjadi reaksi dekomposisi yang bersifat endotermik dengan tujuan untuk mengeluarkan gas-gas dari senyawa-senyawa karbonat atau hidroksida, sehingga menghasilkan serbuk berupa oksida dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kalsinasi diperlukan untuk mempersiapkan serbuk yang akan diproses lebih lanjut, mencapai ukuran partikel yang optimal, serta mengubah senyawa-senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida, membentuk fase kristal.

Kalsinasi parsial sendiri merupakan kalsinasi sebagian yaitu unsur Mg yang terkalsinasi sedangkan unsur kalsium tidak terkalsinasi. Hal ini berdasarkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh H. Gelai et.al, 2007 [8] yaitu salah satu

keunggulan kalsinasi parsial dapat membentuk MgO dengan CaO lebih awal. Reaksi kalsinasi parsial diharapkan membentuk MgO sedangkan CaO diharapkan tidak terbentuk. Reaksi parsial dapat dituliskan sebagai berikut:



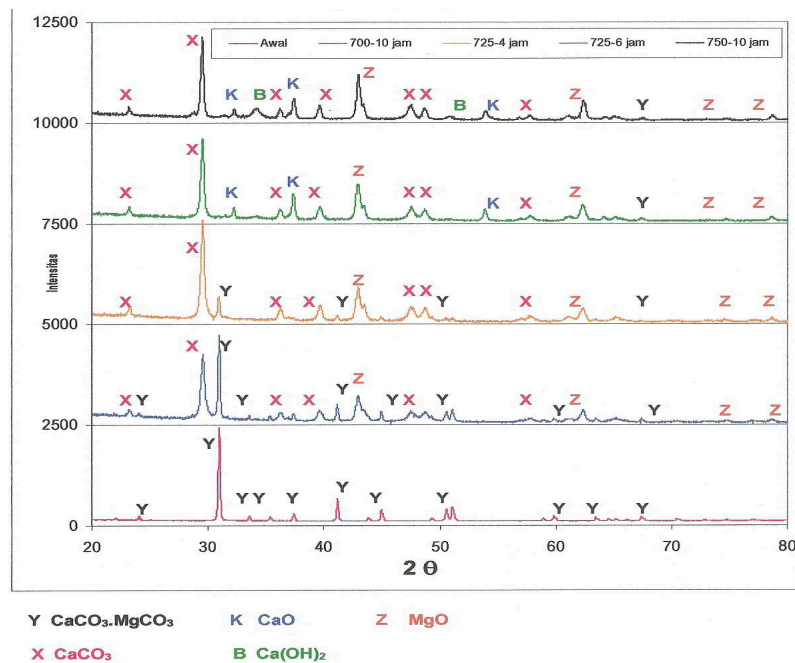
Pada penelitian yang dilakukan Sulistyono E. tahun 2013 [9] kalsinasi parsial diharapkan untuk mengubah senyawa Mg dalam dolomit menjadi oksida, sementara untuk Ca tidak mengalami perubahan. Penambahan waktu terhadap proses pengurangan %berat berjalan cukup lambat hal ini dapat dilihat pada tabel 2.2 proses kalsinasi 600°C dan 700°C.

**Tabel 2.2** Hasil Kalsinasi Mineral Dolomit [9]

No	Waktu Kalsinasi (Jam)	Persen sisa berat sampel (%berat)			
		600°C	700°C	725°C	750°C
1	2	97,98	91,78	87,16	79,21
2	4	96,62	87,10	84,49	71,52
3	6	95,90	83,72	77,57	67,78
4	8	95,43	81,86	71,93	64,22
5	10	94,67	81,86	68,90	64,18

Pada penelitian yang dilakukan Sulistyono E. tahun 2013 [9] menunjukkan bahwa proses kalsinasi parsial yang optimal berjalan pada temperatur 725°C selama 4 jam. Hal ini terjadi karena pada kondisi tersebut belum terlihat adanya *peak* CaO. Sementara itu *peak* dolomit (MgCO<sub>3</sub>. CaCO<sub>3</sub>) mengalami pengurangan menjadi 8 dan MgO terlihat dengan munculnya 4 *peak*. Pada awalnya sampel dolomit merupakan sampel yang memiliki kemurnian tinggi, yaitu tidak terlihatnya *peak* CaCO<sub>3</sub> dan *peak* dolomit (MgCO<sub>3</sub>. CaCO<sub>3</sub>) sejumlah 11 *peak*.

Pada temperatur 725°C dengan waktu 6 jam, mulai terlihat *peak* CaO dengan sejumlah 3 *peak*, menyebabkan pada sampel ini dimulai kalsinasi total. Pada keadaan tersebut terjadi penurunan *peak* dolomit ( $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$ ) awalnya 4 menjadi 1 dan *peak*  $\text{CaCO}_3$  berjumlah tetap yaitu 7. Dengan penambahan temperatur yang lebih tinggi dan lebih waktu kalsinasi lebih lama yaitu 750°C selama 10 jam mulai muncul *peak* baru yaitu  $\text{Ca(OH)}_2$  berupa 2 *peak*. *Peak* tersebut pada dasarnya adalah *peak* CaO yang lebih reaktif sehingga menyerap air [9].



**Gambar 2.1** Hasil XRD Kalsinasi Parsial Mineral Dolomit [9]

Berdasarkan data yang disajikan pada Gambar 2.1 menunjukkan temperatur lebih berpengaruh jika dibandingkan waktu proses kalsinasi. Pada penambahan waktu proses kalsinasi %berat berkurang lambat hal ini dapat dilihat dari karakterisasi XRD kalsinasi pada temperatur 600°C dan 700°C. Penambahan temperatur proses terhadap penurunan %berat terlihat signifikan dan pada

temperatur 600°C %berat masih tinggi yaitu >90%. Pada temperatur 700°C %berat mengalami penurunan. %berat sekitar 80% dan pada temperatur 750°C %berat mengalami pengurang cukup tinggi sampai 64,18% dengan waktu 10 jam.

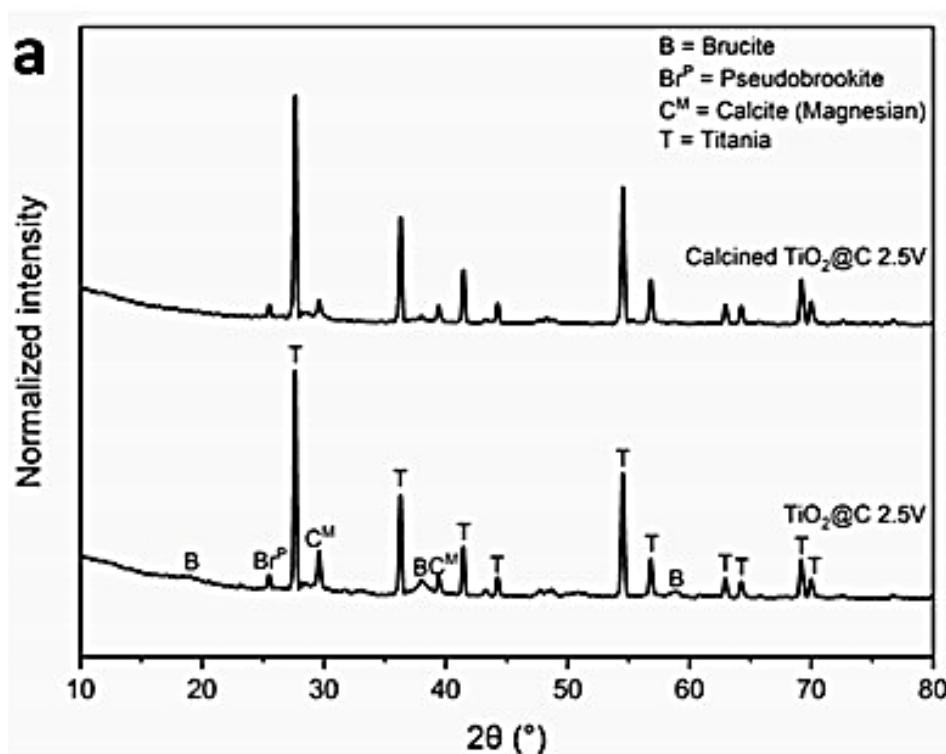
Dengan adanya kalsinasi maka magnesium reaktif (MgO) dapat diperoleh dari magnesit ( $MgCO_3$ ) pada temperatur 800– 1000°C atau disebut dengan jalur kering. Sedangkan magnesium silikat dapat diekstraksi dari air laut atau I yang kemudian disebut dengan jalur basah. Untuk memperoleh MgO mayoritas diproduksi melalui pengolahan mineral alami seperti magnesit, sekitar 14 % MgO yang disintesis melalui kalsinasi *Mg-bearing phases* yang diendapkan dari air laut atau *brine water* dengan sumber yang mengandung  $Mg^{2+}$  konsentrasi tinggi.

Perlu diketahui bahwa ekstraksi MgO melalui jalur basah melibatkan penggunaan basa alkali yang memungkinkan pengendapan produk yang mengandung Mg seperti magnesium hidroksida dan magnesium oksalat pada tahap pertama. Kemudian endapan tersebut dipisahkan, dicuci dan dipanaskan untuk menghasilkan MgO pada temperatur kalsinasi rendah 500°C [5].

Selain itu kalsinasi juga memberikan fungsi lain dan hal tersebut dibuktikan dengan data hasil analisis XRD pada penelitian yang dilakukan oleh Boor Singh Lalia , Abdullah Khalil , Raed Hashaikeh pada tahun 2021 dengan judul pemisahan selektif elektrokimia serta *recovery* kalsium dan magnesium dari *brine water* menggunakan elektrolisis katoda  $TiO_2$  dan endapan yang terkumpul pada 2,5 V dan 3,5 V. Pada penelitian tersebut dilakukan kalsinasi pada sampel dipanaskan pada 900°C selama 5 jam memiliki tujuan *recrystallize* sampel dan kotoran yang tidak diinginkan menghilang. Selain itu, elektroda mengalami reaksi kimia dengan Mg

yang menghasilkan pembentukan magnesium titanat [10].

Kondisi kalsinasi memiliki peran penting selama produksi MgO sebab menentukan sifat-sifat produk akhir. MgO reaktif, diproduksi pada 700-1000°C, melalui jalur kering, dan pada temperatur yang lebih rendah sekitar 500-700°C melalui jalur basah, memiliki luas permukaan spesifik atau *Speisific Surface Area* (SSA) yang tinggi dan mempertahankan tingkat reaktivitas yang tinggi. Dengan meningkatkantemperatur kalsinasi maka semakin mengurangi SSA dan reaktivitas MgO. Berbeda dengan MgO reaktif, MgO *hard- and dead-burned* dihasilkan pada temperatur > 1000°C melalui jalur kering, sehingga memiliki SSA dan reaktivitas yang relatif rendah [11]. Untuk melihat detail hasil XRD yang menunjukkan pengaruh kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 2.2.



**Gambar 2.2** Pengaruh Kalsinasi Pada Hasil Analisis XRD TiO<sub>2</sub> [11].

Gambar 2.2 Menunjukkan bahwa kalsinasi berpengaruh terhadap reaktivitas asam MgO yang diperoleh dari kalsinasi  $Mg(OH)_2$  melalui reaksi *brine water*. Dimana pada penelitian yang dilakukan Haoliang Dong, et.al pada tahun 2018 Menunjukkan bahwa peningkatan waktu untuk mencapai pH netral dengan peningkatan temperatur dan durasi terindikasi dapat menyebabkan penurunan reaktivitas selain itu terjadi penurunan laju reaksi MgO pada kondisi kalsinasi tinggi  $700^\circ C$ . Di antara dua basa berbeda yang digunakan, sampel MgO berbasis  $NH_4OH$  menunjukkan waktu netralisasi yang lebih pendek dibandingkan dengan sampel berbasis NaOH yang diproduksi dengan temperatur kalsinasi lebih rendah temperatur. Peningkatan temperatur kalsinasi dari  $500^\circ C$  menjadi  $700^\circ C$  menyebabkan peningkatan waktu netralisasi secara signifikan pada  $NH_4OH$ , sedangkan sampel berbasis NaOH menunjukkan peningkatan bertahap. Hal tersebut menunjukkan bahwa SSA sampel berbasis  $NH_4OH$  yang awalnya tinggi menunjukkan penurunan yang tajam dengan meningkatnya temperatur kalsinasi.

### **2.3 Kalsinasi Unsur Golongan II**

Unsur golongan II merupakan unsur logam alkali tanah yang terdiri dari Berilium (Be), Magnesium (Mg), Kalsium (Ca), Stronsium (Sr), Barium (Ba) dan Radium (Ra). Logam alkali tanah mempunyai konfigurasi elektron yang hampir sama, dua elektron  $n s^2$  dimana  $n$  dari 2 sampai 7. Unsur logam alkali tanah memiliki ciri fisik yang mirip mulai dari kilau, warna putih keperakan dan reaktif pada temperatur dan tekanan standar [12].

Berdasarkan penelitian sebelumnya tentang pengolahan litium dari *brine*

*water* Gunung Panjang, ternyata limbah pengolahan litium tersebut berpotensi untuk dilakukan pengolahan lebih lanjut menjadi magnesium karbonat. Dapat dilihat dalam kandungan limbah berupa magnesium karbonat, kalsium karbonat dan strontium karbonat. Senyawa tersebut jika dipisahkan akan menghasilkan produk yang bermanfaat.

Magnesium merupakan logam dengan nomor atom 12 dengan simbol Mg dan berat atom 24,305 yang termasuk ke dalam golongan II yaitu logam alkali tanah. Magnesium merupakan salah satu unsur yang umum ditemukan di alam. Keberadaan magnesium pada kerak bumi adalah 2,4%. Magnesium di alam ditemukan dalam dolomit ( $\text{Ca.Mg}(\text{CO}_3)_2$ ), magnesit ( $\text{MgCO}_3$ ) dan carnalit ( $\text{KCl.MgCl}_2.6\text{H}_2\text{O}$ ). Magnesium ditemukan juga di air laut dan *brine water* dimana konsentrasi dari magnesium itu 1,350 mg/L [3]. Magnesium di alam ditemukan dalam bentuk senyawa magnesium karbonat ( $\text{MgCO}_3$ ).

Magnesium karbonat ( $\text{MgCO}_3$ ) adalah salah satu senyawa anorganik yang mengandung magnesium dalam bentuk kombinasi karbonat, hidrat, dan hidroksida. Magnesium karbonat mulai mengalami dekomposisi pada temperatur 350°C dengan nilai KSP  $1 \times 10^{-5}$  membuatnya hampir tidak larut dalam air (106 mg/L dalam temperatur ruang) dan tidak larut dalam amonia dan aseton akan tetapi larut dalam asam [3]. Berikut merupakan sifat termodinamika dari magnesium karbonat dapat dilihat pada Tabel 2.3.



**Tabel 2.3** Sifat Termodinamika Magnesium Karbonat [3]

No	Nilai	Jumlah
1	$\Delta H_f^\circ (\text{MgCO}_3)$	-261,9 kcal/mol
2	$\Delta G_f^\circ (\text{MgCO}_3)$	-241,9 kcal/mol
3	$\Delta G_f^\circ (\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$	-412,6 kcal/mol
4	$\Delta G_f^\circ (\text{MgCO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$	-525,7 kcal/mol
5	$S^\circ (\text{MgCO}_3)$	15,7 cal/degmol
6	$C_p (\text{MgCO}_3)$	18,05 cal/degmol

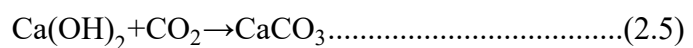
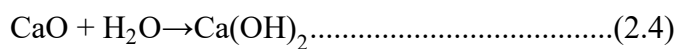
Kalsium merupakan unsur dengan nomor atom 20 dengan simbol Ca dan berat atom 40,078 yang termasuk ke dalam golongan II yaitu logam alkali tanah. serta memiliki konfigurasi elektron  $4s^2$  dengan nilai potensial  $E^\circ -2,87\text{V}$ . Senyawa kalsium ditemukan dalam bentuk kombinasi kalsium oksida dan kalsium karbonat. Kalsium sendiri merupakan unsur kelima terbanyak penyusun kerak bumi. Senyawa kalsium di alam ditemukan dalam bentuk *limestone* ( $\text{CaCO}_3$ ), gipsum ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan florit ( $\text{CaF}_2$ ) [3].

Kalsium karbonat di alam ditemukan dalam mineral *limestone*. Merupakan material yang umum digunakan dalam industri semen, plaster dan *refractory*. Kalsium karbonat memiliki bentuk kristal heksagonal untuk kalsit dan ortorombik untuk aragonit. Kalsit akan mulai mengalami dekomposisi pada temperatur  $825^\circ\text{C}$  dan aragonit akan leleh pada temperatur  $1339^\circ\text{C}$  (102,5 atm). Berikut merupakan sifat termodinamika dari kalsium karbonat dapat dilihat pada Tabel 2.4.

**Tabel 2.4** Sifat Termodinamika Kalsium Karbonat[3]

No	Nilai	Jumlah
1	$\Delta H_f^\circ (\text{CaCO}_3)$	-288,6 kcal/mol
2	$\Delta G_f^\circ (\text{CaCO}_3)$	-269,9 kcal/mol
3	$S^\circ (\text{CaCO}_3)$	21,92 cal/degmol
4	$C_p(\text{CaCO}_3)$	19,9 cal/degmol

Kalsium karbonat didapatkan dari *limestone*. Senyawa kalsium karbonat sendiri merupakan senyawa sintetis dari pengolahan *limestone*. *Limestone* akan dilakukan dekomposisi untuk mendapatkan kalsium oksida dan karbondioksida pada *kiln*. Produk kalsinasi atau kalsin selanjutnya akan penyusunan ulang setelah dimurnikan dengan *aquadest*. Kalsium oksida yang bercampur dengan air akan membentuk *shurry* yang umum disebut *milk of lime*. Selanjutnya akan dihembuskan gas karbon dioksida. Berikut merupakan reaksi pemurnian kalsium karbonat ditunjukkan pada persamaan 2.3, 2.4 dan 2.5[3].



Stronsium merupakan unsur kimia dengan nomor 38, berat atom 87,621 yang termasuk ke dalam golongan II yaitu logam alkali tanah, memiliki konfigurasi elektron [Kr] 5s<sup>2</sup>, memiliki nilai konfigurasi elektron -2,899V serta memiliki titik leleh 777°C dan titik didih 1382°C. Stronsium memiliki kuantitas yang kecil pada batuan dan tanah. Kebanyakan keberadaan dekat kalsium dan barium. Jumlah

stronsium di kerak bumi diangka 370 mg/kg jumlah yang hampir serupa dengan barium. Keberadaan stronsium pada air laut berjumlah 7,9 mg/L. Stronsium ditemukan dalam bentuk senyawa karbonat yaitu strontianat ( $\text{SrCO}_3$ ) dan mineral sulfat celestit ( $\text{SrSO}_4$ )[3]

Stronsium karbonat merupakan senyawa stronsium yang ditemukan dalam mineral strontianite. Stronsium karbonat pada umumnya digunakan pada industri kembang air, keramik dan pembuatan kaca pada televisi tabung. Stronsium karbonat memiliki kristal *ortorhombic* dengan indeks refraksi 1,518 dengan nilai kekerasan 3,5 Mosh serta densitas  $3,5 \text{ g/cm}^3$ . Stronsium karbonat tidak larut pada air akan tetapi larut pada asam dengan menghilangkan karbon dioksida [3]. Berikut sifat termodinamika dari stronsium karbonat dapat dilihat pada Tabel 2.5.

**Tabel 2.5** Sifat Termodinamika Stronsium Karbonat [3]

No	Nilai	Jumlah
1	$\Delta H_f^\circ (\text{SrCO}_3)$	-291,6 kcal/mol
2	$\Delta G_f^\circ (\text{SrCO}_3)$	-272,5 kcal/mol
3	$S^\circ (\text{SrCO}_3)$	23,2 cal/degree mol
4	$C_p (\text{SrCO}_3)$	19,5 cal/degree mol

#### 2.4 Limbah Pengolahan Litium

Limbah litium dari *brine water* sering mendapat perhatian dalam pengolahannya untuk menghilangkan oksigen terlarut dan bahan kontaminan berbahaya lainnya karena limbah pengolahan *brine water* dapat sangat korosif terhadap *plant machinery* dan perpipaan yang mana jika tidak diolah, maka zat

oksigen terlarut dan kontaminan lainnya dapat meningkatkan risiko tersebut. Limbah *brine water* juga bisa membawa bermacam-macam kontaminan, yang berbeda tergantung pada proses limbah *brine water* diperoleh dari produk sampingan industri litium. Pengolahan limbah *brine water* menjadi semakin gencar dilakukan, tidak hanya sebagai sarana untuk menaati peraturan limbah yang ketat, namun juga manfaat biaya yang didapatkan dari strategi minimalisasi limbah [13].

Pada penelitian yang dilakukan oleh Lalasari, dkk (2017) dapat diketahui komposisi kimia *brine water* yang terdapat di pemandian air panas Tirtasanita, Ciseeng Bogor seperti yang ditampilkan pada Tabel 2.6.

**Tabel 2.6** Komposisi Kimia *Brine water* Bogor [14].

Elemen	Konsentrasi (ppm)
Ca	185,706
K	409,981
Li	17,271
Mg	146,019
Na	1929,870

Pada penelitian yang dilakukan Lalasari dilakukan penguapan *brine water* diikuti dengan pengendapan K dan Mg yang kemudian dilakukan pemurnian *brine water*; dengan cara pertukaran pertukaran ion untuk menghilangkan pengotor lainnya. Hasil pengolahan *brine water* yang dilakukan Lalasari, dkk (2017) menghasilkan produk berupa endapan (Gambar 2.3). Hasil pengolahan litium tersebut menghasilkan limbah yang kemungkinan limbah tersebut masih memiliki logam berharga jika ditinjau pada kandungan *brine water*.



**Gambar 2.3** Limbah Hasil Pengolahan *Brine Water*

*Brine water* diperoleh dari sumber air panas Gunung Panjang tepatnya di Lapangan Geothermal Ciseeng tanpa dilakukan penguapan lebih lanjut. Sedangkan *bittern* merupakan produk sampingan cair dari *brine water* pekat dari sumber yang sama melalui proses penguapan dua tahap dan juga termasuk dalam kelompok bikarbonat geothermal yang kaya akan ion kalsium, membentuk endapan tipis kalsium karbonat yang dikenal sebagai *Travertine*. Untuk lebih jelasnya terkait komposisi *brine water* dan *bittern* dari Lapangan Geothermal Ciseeng, dapat dilihat pada Tabel 2.7.

Menurut Heraldry dkk (2017) meneliti pembuatan Ca-Mg-Al *HydrotalciteI* dari *brine water*, lalu dilakukan kalsinasi. Ca-Mg-Al *HydrotalciteI*. Ca-Mg-Al *HydrotalciteI* merupakan endapan yang dihasilkan dari pengolahan *brine water*. Pengaruh kalsinasi pada Ca-Mg-Al *HydrotalciteI* terhadap hasil yang diperoleh yaitu terbentuknya oksida seperti MgO, CaO, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [15].

**Tabel 2.7** Komposisi Kimia *Brine Water* dan *Bittern* di Lapangan Geothermal Ciseeng[15]

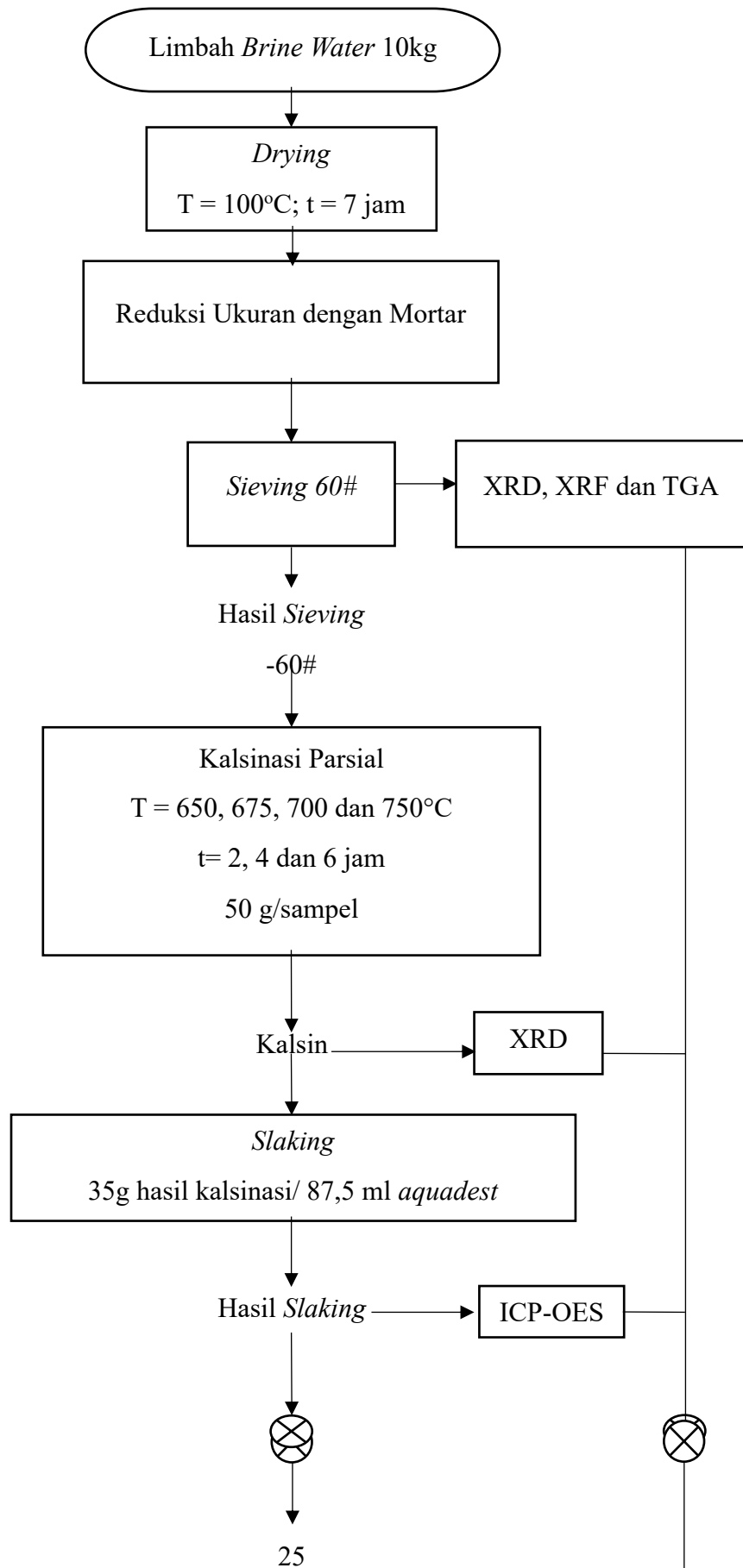
<i>Raw Material</i>	<i>Concentration (ppm) Ratio</i>						
	<b>Li</b>	<b>Mg</b>	<b>Na</b>	<b>K</b>	<b>Ca</b>	<b>B</b>	<b>Mg/Li</b>
<i>Brine Water</i>	22,06	475,30	4476	960,50	2127	95,48	21,55
<i>Bittern</i>	1342	13,527	7574	26,816	24,222	2514	10,08

## BAB III

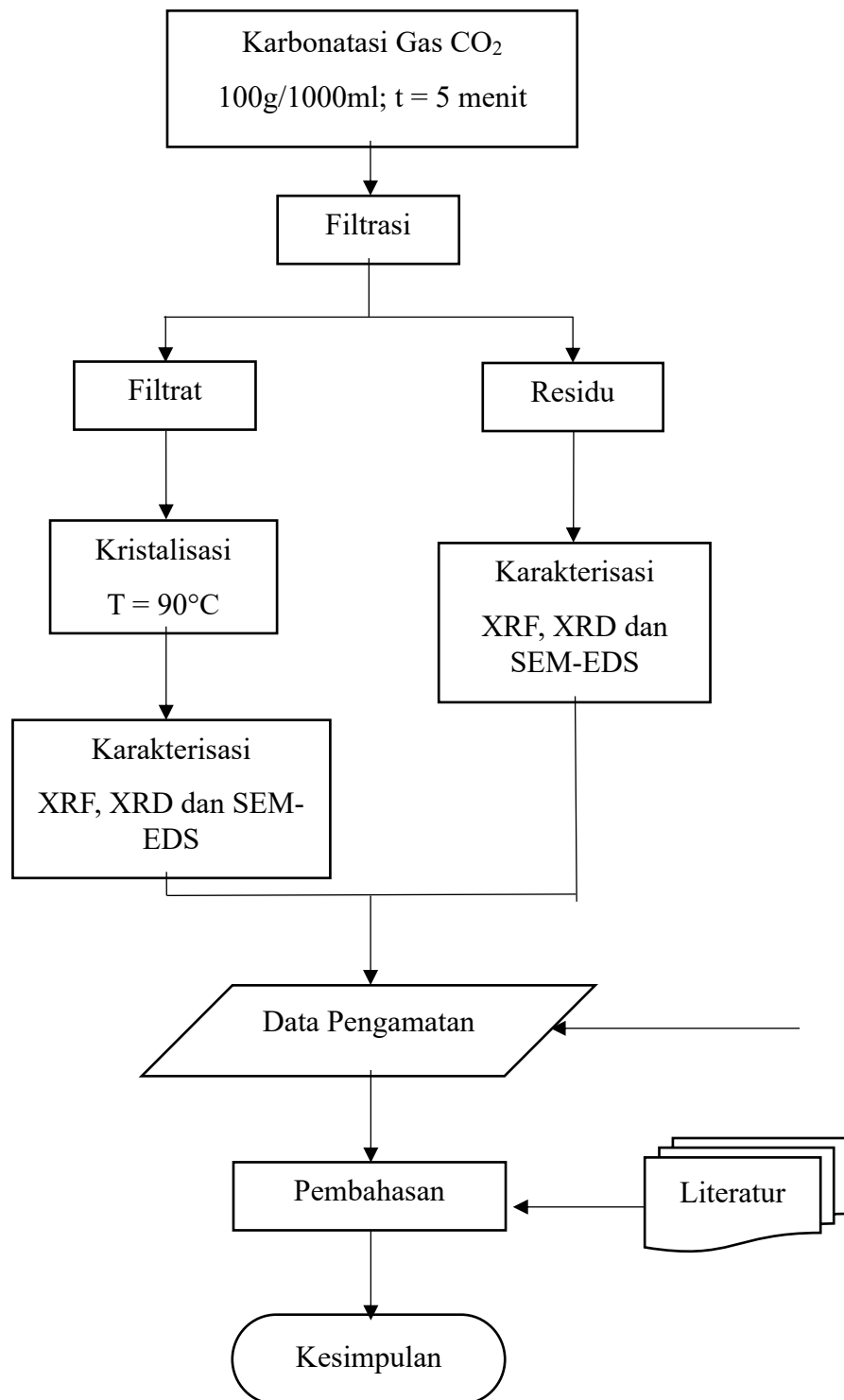
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian pemisahan logam magnesium magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang dengan metode kalsinasi parsial dilakukan dalam beberapa proses dimulai dari preparasi limbah hasil pengolahan *brine water* yang bertujuan mereduksi ukuran dan penghilangan kandungan air. Proses selanjutnya adalah karakterisasi sampel awal hasil dari preparasi dikarakterisasi dengan metode DTA-TGA, XRD dan XRF untuk mengetahui kandungan dan keadaan awal sampel. Setelah itu, dilakukan karakterisasi DTA-TGA, XRD dan XRF dilanjutkan proses kalsinasi parsial, dan hasilnya dari kalsinasi parsial tersebut akan dilakukan karakterisasi XRD. Setelah proses kalsinasi parsial dilakukan proses *salking* dan hasilnya dikarakterisasi ICP-OES. Tahap berikutnya dilakukan penambahan gas CO<sub>2</sub> atau karbonatasi pada hasil *salking* yang mana hasil dari karbonatasi akan dilakukan filtrasi. Residu hasil filtrasi dilakukan karakterisasi XRF sedangkan filtratnya dilakukan proses kristalisasi. Kristal yang dihasilkan dikarakterisasi dengan metode XRD dan XRF. Sampel limbah *brine water* pada penelitian ini merupakan sampel limbah hasil pengolahan litium. Diagram alir penelitian pemisahan logam magnesium magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang menggunakan metode kalsinasi parsial ditunjukkan pada Gambar 3.1.







**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat-alat yang Digunakan

Adapun alat-alat yang digunakan mencakup alat-alat yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada Tabel 3.1 dan alat-alat karakterisasi yang dapat dilihat pada Tabel 3.2.

**Tabel 3.1** Alat-alat yang Digunakan dalam Penelitian

No	Nama Alat	No	Nama Alat
1.	Ayakan #60	14.	Mortar
2.	Botol plastik 100ml	15.	<i>Muffle furnace</i>
3.	Batang pengaduk	16.	Neraca digital
4.	<i>Bulb</i>	17.	Oven
5.	Cawan porselin	18.	pH meter
6.	Corong	19.	Pipet tetes
7.	Erlenmeyer 1000 mL	20.	Pipet volume
8.	Gelas beker 100, 250, 500 2000 mL	21.	Sarung tangan latex
9.	Gelas ukur 10,50,100.1000mL	22.	Sarung tangan tahan panas
10.	<i>Hot plate</i>	23.	<i>Magnetic bar</i>
11.	Kaca arloji	24.	Spatula
12.	Kertas saring	25.	Tang penjepit
13.	Labu ukur 50,100mL	26.	Termometer

**Tabel 3.2** Alat-alat Karakterisasi yang Digunakan dalam Penelitian

No	Nama Alat
1.	Alat Karakterisasi DTA-TGA NETZSCH STA 449F3
2.	Alat Karakterisasi ICP-OES merek Agilent
3.	Alat Karakterisasi XRD PANanalytical ARIES
4.	Alat Karakterisasi XRF Rigaku Next CG1291
5.	Alat Karakterisasi SEM-EDS JSM-IT200

### 3.2.2 Bahan-bahan yang Digunakan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa bahan baku dan bahan pendukung lainnya ditunjukkan pada Tabel 3.3.

**Tabel 3.3** Bahan-bahan yang Digunakan dalam Penelitian

No	Nama Bahan
1.	Asam Klorida (HCl) p.a 97%
2.	Asam Nitrat (HNO <sub>3</sub> ) p.a 65%
3.	Aquades
4.	Gas CO <sub>2</sub>
5.	Kertas Saring
6.	Limbah <i>Brine Water</i>

### 3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian yang dilakukan dalam pemisahan logam magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang menggunakan metode kalsinasi parsial melalui beberapa tahapan proses diantaranya proses preparasi sampel, kalsinasi parsial,

*slaking*, karbonatasi dan kristalisasi. Penelitian dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-Badan Riset dan Inovasi Negara (BRIN) Serpong.

### 3.3.1 Preparasi Sampel

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah limbah *brine water* yang berasal dari sumber mata air panas Ciseeng Gunung Panjang, Kabupaten Bogor. Bahan baku penelitian ini merupakan limbah hasil penelitian yang dilakukan Lalasari, dkk (2017) ditunjukkan pada Gambar 3.2.



**Gambar 3.2** Limbah Hasil Pengolahan *Brine Water*

Tahap preparasi sampel merupakan proses awal yang dilakukan pada penelitian ini, berfokus untuk menghilangkan air dan memperkecil ukuran. Penghilangan kadar air berfungsi agar air tidak ikut terkalsinasi dan mempermudah dalam pengecilan ukuran. Limbah *brine water* berbentuk seperti *clay* yang mana jika masih terkandung air di dalamnya akan menyebabkan sampel menempel pada *siever*. Pengecilan ukuran bertujuan

untuk mendapatkan ukuran yang optimal 60 *mesh* berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sulistiyono, 2013. Untuk mendapatkan ukuran yang sesuai, limbah *brine water* diperkecil ukurannya menggunakan *mortar* lalu dilanjutkan dengan *sieving* menggunakan *screen* ukuran 60#. Limbah *brine water* yang sudah mencapai ukuran -60# selanjutnya akan dilakukan karakterisasi DTA-TGA, XRD dan XRF. Proses pengecilan ukuran ditunjukkan pada Gambar 3.3.

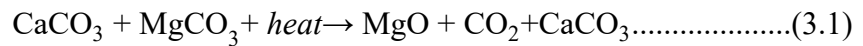


**Gambar 3.3** Proses Reduksi Ukuran Sampel

### **3.3.2 Tahapan Kalsinasi Parsial**

Proses kalsinasi pada limbah *brine water* bertujuan untuk mendekomposisi  $MgCO_3$  menjadi  $MgO$ . Kalsinasi parsial menurut H. Gelai et.all, (2007) yaitu kalsinasi separuh atau tidak seluruh unsur terkalsinasi, misalnya pada penelitian ini yang mana unsur magnesium akan terkalsinasi dan kalsium tidak terkalsinasi. Sesuai penelitian H. Gelai et.all, (2007) salah satu keuntungan kalsinasi parsial dapat memisahkan  $MgO$  dengan  $CaO$  lebih awal. Reaksi kalsinasi parsial diharapkan terbentuk  $MgO$  sedangkan  $CaO$

diharapkan tidak terbentuk. Persamaan reaksi kalsinasi parsial dapat dituliskan sebagai berikut:



Kalsinasi parsial pada limbah *brine water* mengacu pada penelitian yang dilakukan Sulistoyono, (2013) tentang kalsinasi mineral dolomit Lamongan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pembentukan MgO mulai terbentuk pada temperatur 700°C, sedangkan ketika temperatur 900°C proses kalsinasi telah terjadi secara sepenuhnya. Oleh sebab pada penelitian saat ini variasi proses kalsinasi pada temperatur 650, 675, 700 dan 750°C. Rentan waktu lamanya kalsinasi adalah 2, 4, dan 6 jam. Hasil kalsinasi parsial selanjutnya dilakukan XRD untuk mengetahui pembentukan fasa MgO dan CaCO<sub>3</sub>. Proses kalsinasi parsial ditunjukkan pada Gambar 3.4



**Gambar 3.4** Tahapan Proses Kalsinasi Parsial

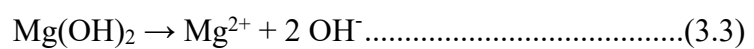
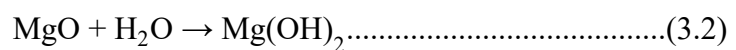
### **3.3.3 Tahapan Proses *Slaking***

Proses *slaking* merupakan proses pembentukan magnesium hidroksida dari reaksi magnesium oksida dengan air. Proses *slaking* merupakan tahapan proses yang sering dilewatkan pada proses pembuatan magnesium dan kalsium karbonat dari limbah *brine water*, hal ini karena proses tersebut hanya menambahkan air pada hasil kalsinasi. Proses *Slaking* ditunjukkan pada Gambar 3.5.



**Gambar 3.5** Tahapan Proses *Slaking*

Proses *slaking* terhadap proses kalsinasi dilakukan dengan melarutkan hasil kalsinasi dengan air. Persamaan reaksi dalam proses *slaking* adalah sebagai berikut:



Rasio penambahan air mulai dari 35 g kalsin dengan 87,5 ml *aquadest*. Lalu dilakukan proses pengukuran pH pada larutan yang diambil dari proses *slaking*, jika pH larutan tinggi maka terbukti terbentuk larutan  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  karena ion  $\text{Mg}^{2+}$  meningkatkan pH dari netral menjadi sekitar 13. Pengujian

ICP-OES dilakukan terhadap larutan hasil proses *slaking* untuk mengetahui kadar Ca dan Mg.

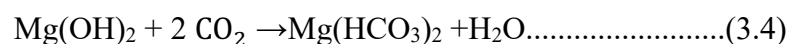
### 3.3.4 Tahapan Proses Karbonatasi

Proses karbonatasi merupakan proses terbentuknya larutan magnesium bikarbonat yang berasal dari magnesium hidroksida hasil proses *slaking* dengan penambahan gas CO<sub>2</sub> [1]. Proses karbonatasi ditunjukkan pada Gambar 3.6.



**Gambar 3.6** Tahapan Proses Karbonatasi

Berikut merupakan reaksi proses karbonatasi dengan tujuan untuk membentuk magnesium bikarbonat:



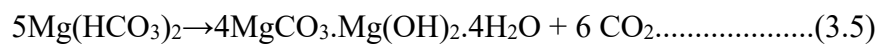
Pada tahapan ini magnesium bikarbonat dalam bentuk larutan dapat dipisahkan dengan padatan CaCO<sub>3</sub> yang tidak beraksi, disebabkan oleh kelarutan magnesium hidroksida dalam air rendah yaitu nilai KSP untuk



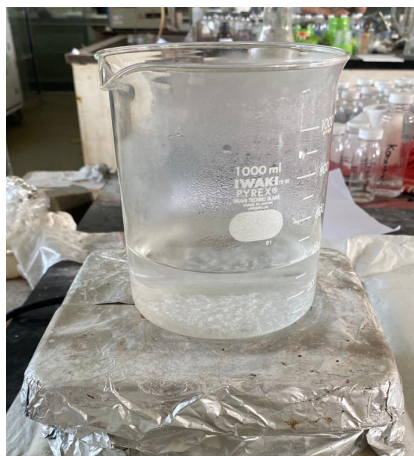
magnesium hidroksida  $9 \times 10^{-12}$  maka pada proses ini larutan magnesium hidroksida yang digunakan cukup encer yaitu dengan konsentrasi larutan 9,09%. Pada penelitian ini digunakan adalah konsentrasi larutan magnesium hidroksida yang rendah yaitu 100 g / 1.000 ml. Penambahan magnesium hidroksida dari hasil *slaking* dilakukan dalam bentuk bubuk lumpur bukan dalam bentuk padatan yang kering.

### 3.3.5 Tahapan Proses Kristalisasi

Setelah terbentuk larutan magnesium bikarbonat maka proses selanjutnya adalah proses kristalisasi dengan cara pemanasan hingga terbentuk kristal *basic hydromagnesit*. Adapun reaksi pengendapan adalah sebagai berikut:



Proses Kristalisasi dilakukan menggunakan *hotplate* dengan temperatur 90 dan agitasi menggunakan *magnetic bar* dengan kecepatan 40-50 RPM. Proses kristalisasi ditunjukkan pada Gambar 3.7.



**Gambar 3.7** Tahapan Proses Kristalisasi

Kristal yang hasil proses kristalisasi yaitu *basic hydromagnesit*

selanjutnya akan dikeringkan untuk menghilangkan air yang ada dalam material tersebut sehingga dihasilkan magnesium karbonat.

### 3.4 Karakterisasi

#### 3.4.1 Karakterisasi DTA-TGA (Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis)

Karakterisasi DTA-TGA merupakan analisis yang menggunakan perbedaan temperatur sampel dan referensi untuk menganalisis perubahan sifat fisik dan kimia. Analisis DTA didasarkan pada perubahan kandungan panas akibat perubahan temperatur dan titrasi termometrik. Pengujian DTA-TGA dilakukan dengan standar ASTM C1113-99. Alat Karakterisasi DTA-TGA ditunjukkan pada Gambar 3.8



**Gambar 3.8** Alat Karakterisasi DTA-TGA [27]

Spesimen limbah *brine water* dipersiapkan dengan ukuran -60# untuk dilakukan karakterisasi. Selanjutnya mengukur perbedaan temperatur antara sampel dan referensi yang dihubungkan secara berlawanan dengan termokopel. Berikutnya sampel dipanaskan dengan temperatur 1000°C dan

mengalami dekomposisi. Selanjutnya akan diperoleh data temperatur terjadinya reaksi pada sampel.

### 3.4.2 Karakterisasi ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry*)

Karakterisasi ICP-OES merupakan karakterisasi yang berfungsi untuk mengetahui kadar logam multi-unsur pada sampel cairan. Prinsip kerja ICP-OES adalah menembakan plasma yang di dalam plasma terdapat atom dalam keadaan terionisasi. ICP-OES dilakukan berdasarkan standar ASTM D 8088-16. Alat karakterisasi ICP-OES ditunjukkan pada Gambar 3.9.



**Gambar 3.9** Alat Karakterisasi ICP-OES

Spesimen limbah *brine water* dicampur dengan *aqua regia* untuk melarutkan logam-logam pada sampel. Menurut Setyoningrum T. S. 2020 [17] *aqua regia* adalah larutan yang terbuat dari campuran asam klorida (HCl) dan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dengan perbandingan 3:1. Sampel yang telah dilakukan *aqua regia* diencerkan 10, 100 dan 1000 kali pengenceran. Lalu, disiapkan larutan standar multi dan Mn 5ppm yang berfungsi untuk melakukan kalibrasi pada alat ICP-OES. Selanjutnya mesin ICP-OES

dinyalakan sesuai indikator pada tabung dan sampel dimasukkan ke dalam *nebulizer*. Selanjutnya akan memperoleh data karakterisasi ICP-OES yang memperlihatkan logam-logam yang terkandung dalam larutan dalam satuan *part per milion* (PPM).

### 3.4.3 Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD berfungsi untuk mendeteksi dan menganalisis struktur kristal pada suatu material. ASTM F3419-22 merupakan standar XRD yang digunakan pada penelitian ini. Prinsip kerja XRD memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom yang dalam sebuah sistem kristal. Ketika sinar-X bertemu dengan struktur kristal dari sampel, sinar tersebut akan mengalami difraksi. Ini berarti sinar-X akan dan dibiaskan oleh bidang kristal. Alat Karakterisasi XRD ditunjukkan pada Gambar 3.10



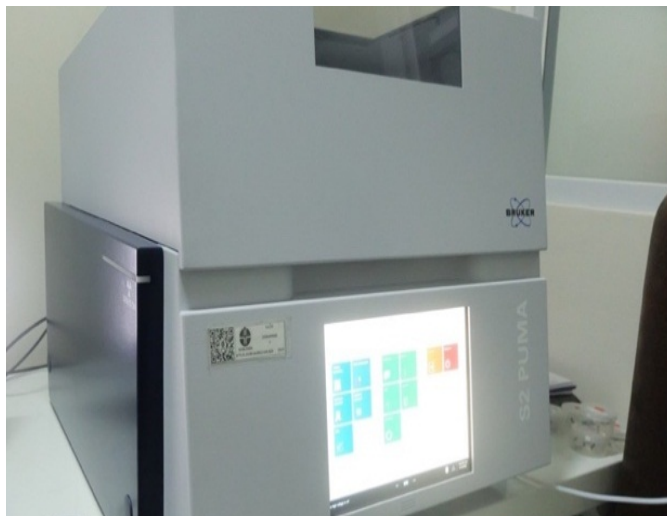
**Gambar 3.10** Alat Karakterisasi XRD

Prosedur karakterisasi XRD adalah sampel diletakkan di dalam perangkat XRD yang dilengkapi dengan sinar-X. Sampel yang telah diletakkan dalam XRD selanjutnya ditembakkan sinar-X yang berinteraksi

dengan atom pada mineral yang akan menghasilkan pola difraksi yang berbeda. Selanjutnya data hasil karakterisasi akan dianalisis menggunakan *software High Score Plus* (HSP) 2012 dan selanjutnya hasil HSP dibuat grafik pada *software origin*.

#### **3.4.4 Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*)**

Karakterisasi XRF berfungsi untuk mengetahui komposisi kimia dan logam apa saja yang terkandung pada sampel. Prinsip kerja XRF adalah menembakkan sinar-X sehingga atom dapat menghasilkan fluoresensi. Standar pengujian XRF yang digunakan adalah ASTM E1621. Alat Karakterisasi XRF ditunjukkan pada Gambar 3.11.



**Gambar 3.11** Alat Karakterisasi XRF

Prosedur karakterisasi XRF diawali dengan mempersiapkan sampel. Berikutnya sampel diletakan di *holder* lalu bagian atas dan bawah sampel ditutup menggunakan plastik transparan. Sampel dimasukkan ke dalam mesin XRF untuk dilakukan karakterisasi. Selanjutnya data hasil karakterisasi

diperoleh dalam bentuk tabel yang menampilkan persentase kandungan logam pada sampel.

### **3.4.5 Karakterisasi SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*)**

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan salah satu karakterisasi yang bertujuan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan suatu bahan dengan pembesaran, sedangkan *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS) merupakan untuk menganalisis komposisi kimia pada dari sampel yang telah dilakukan pengamatan SEM. ASTM E1382-97 merupakan standar pengujian yang dilakukan pada penelitian ini. Pada penelitian ini sampel kristal filtrat karbonatasi dan residu karbonatasi merupakan sampel yang dilakukan analisis SEM-EDS sebanyak 1 gram. Karakterisasi SEM-EDS dilakukan di Laboratorium Polimer - BRIN Serpong. Alat karakterisasi SEM-EDS ditunjukkan pada Gambar 3.12.



**Gambar 3.12** Alat Karakterisasi SEM-EDS [28]

### **3.5 Keterangan Sampel**

Berikut ini merupakan keterangan sampel yang terdapat pada hasil dan pembahasan dapat dilihat pada Tabel 3.4.

**Tabel 3.4** Keterangan Sampel Kalsinasi

Waktu Kalsinasi (jam)	650°C	675°C	700°C	750°C
Temperatur (°C)				
2 jam	K-A1	K-A2	K-A3	K-A4
4 jam	K-B1	K-B2	K-B3	K-B4
6 jam	K-C1	K-C2	K-C3	K-C4

## BAB IV

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini membahas tentang ekstraksi  $MgCO_3$  dengan kalsinasi limbah *brine water* hasil pengolahan litium dengan adsorpsi menggunakan adsorben LMO. Penelitian menggunakan proses kalsinasi untuk menentukan temperatur dan waktu terbaik menghasilkan  $MgCO_3$ .

### 4.1 Karakterisasi Sampel Awal

Sampel yang digunakan adalah limbah *brine water* hasil pengolahan litium dengan adsorben LMO. Sampel yang dikarakterisasi merupakan sampel yang telah dilakukan penghilangan air dan reduksi ukuran. Ukuran sampel yang dikarakterisasi yaitu 60 *mesh*.

#### 4.1.1 Karakterisasi XRF

Analisis menggunakan XRF menunjukkan beberapa logam yang terkandung seperti Mg, K, Br, Rb, Sr, Sn, Ba, Na, Ca, Zr dan Cd. Selain logam, analisis XRF juga menunjukkan beberapa unsur lain seperti Si, Cl dan S. Unsur yang mendominasi berdasarkan karakterisasi XRF pada limbah *brine water* yaitu Mg, Ca dan Sr dengan kadar masing-masing 7,63%, 5,8% dan 30%. Hasil Karakterisasi awal limbah *brine water* menggunakan XRF dapat dilihat pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Karakterisasi Awal XRF Limbah *Brine Water*



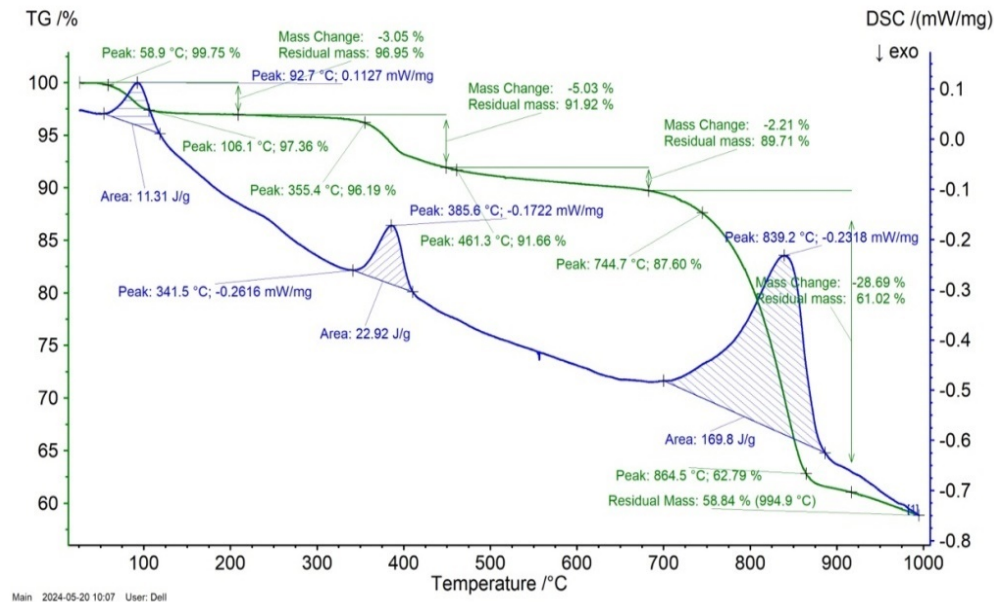
Unsur	Kadar (%)	Unsur	Kadar (%)
Ca	30	K	0,14
Mg	7,63	Ba	0,105
Sr	5,8	S	0,0868
Na	5,03	Br	0,0154
Cl	2,25	Sn	0,0155
Si	1,63	Rb	0,0037
Zr	1,17	Cd	0,0013

#### 4.1.2 Karakterisasi DTA-TGA

Hasil karakterisasi *thermal* DTA-TGA menunjukkan bahwa limbah *brine water* mengalami proses peruraian secara tiga tahap atau *multi-stage decomposition*. Pada tahap pertama terjadi penguapan air yang berlangsung pada temperatur 60-100°C. Selanjutnya, pada tahap kedua terjadi proses dekomposisi MgCO<sub>3</sub> menjadi MgO pada temperatur 355-744°C. Pada pada tahap terakhir terjadi dekomposisi CaCO<sub>3</sub> menjadi CaO yang terjadi pada temperatur 750-900°C.

Selanjutnya pada kurva berwarna biru terlihat limbah *brine water* mengalami pelepasan air pada temperatur 60-100°C yang ditunjukkan dengan adanya kenaikan kurva atau dengan kata lain sampel menyerap kalor atau bersifat endotermal. Selanjutnya, pada tahap kedua terjadi penyerapan kalor 355°C yaitu terjadi reaksi dekomposisi MgCO<sub>3</sub> menjadi MgO. Pada kenaikan kurva terakhir terjadi pada temperatur 744°C yaitu terjadi reaksi dekomposisi

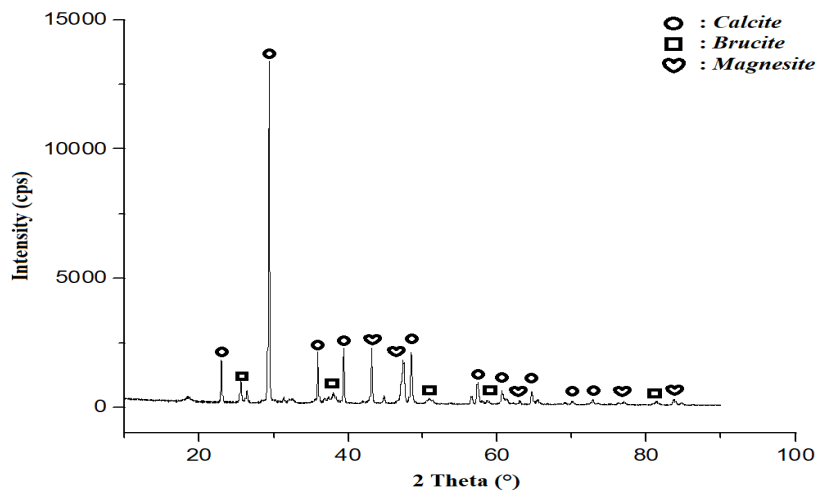
CaCO<sub>3</sub> menjadi CaO. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 yang menunjukkan hasil karakterisasi DTA-TGA limbah *brine water*.



**Gambar 4.1** Karakterisasi DTA-TGA Limbah *Brine Water*

### 4.1.3 Karakterisasi XRD

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD yang diolah menggunakan *software High Score Plus* dan *Originlab Pro* seperti yang ditunjukkan Gambar 4.2, bahwa terdapat tiga fasa utama yang terkandung pada sampel yaitu *calcite* (CaCO<sub>3</sub>) sebesar 95,9%, *brucite* (Mg(OH)<sub>2</sub>) 2,9% dan *magnesite* (MgCO<sub>3</sub>)1,2%.



**Gambar 4.2** Karakterisasi XRD Limbah *Brine Water*

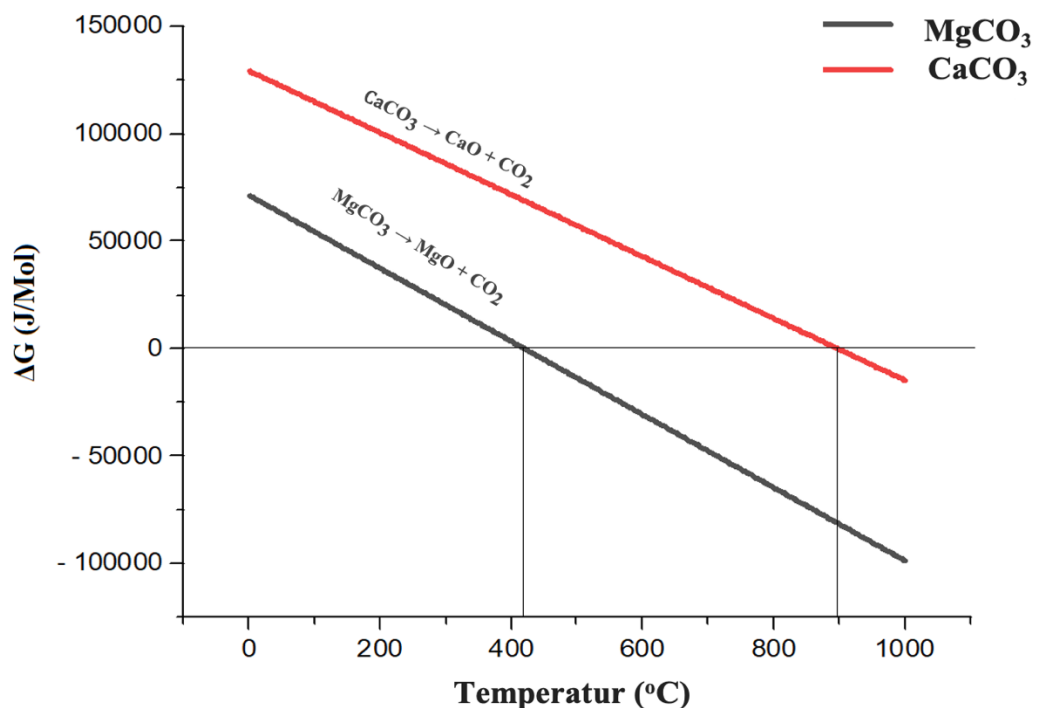
#### 4.2 Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi Parsial

Hubungan antara entalpi dan entropi berkaitan dengan Energi Bebas Gibbs ( $\Delta G$ ). Energi Bebas Gibbs adalah suatu fungsi termodinamika yang menjelaskan hubungan antara entalpi, entropi, dan temperatur dari suatu sistem. Dalam penelitian ini menentukan nilai  $\Delta G$  merupakan tahapan awal untuk melihat reaksi dapat terjadi secara spontan ( $\Delta G < 0$ ) dimulai dari temperatur berapa. Reaksi dekomposisi dari  $MgCO_3$  dan  $CaCO_3$  merupakan reaksi yang dilakukan perhitungan untuk mengetahui rentang dimana  $MgCO_3$  bereaksi sedangkan  $CaCO_3$  belum beraksi. Menghitung  $\Delta G$  diawali dengan menghitung entalpi ( $\Delta H$ ) yang dilanjutkan dengan menghitung entropi ( $\Delta S$ ). Adapun persamaan  $\Delta G$  ditunjukkan dengan persamaan sebagai berikut:

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \dots \dots \dots (4.1)$$

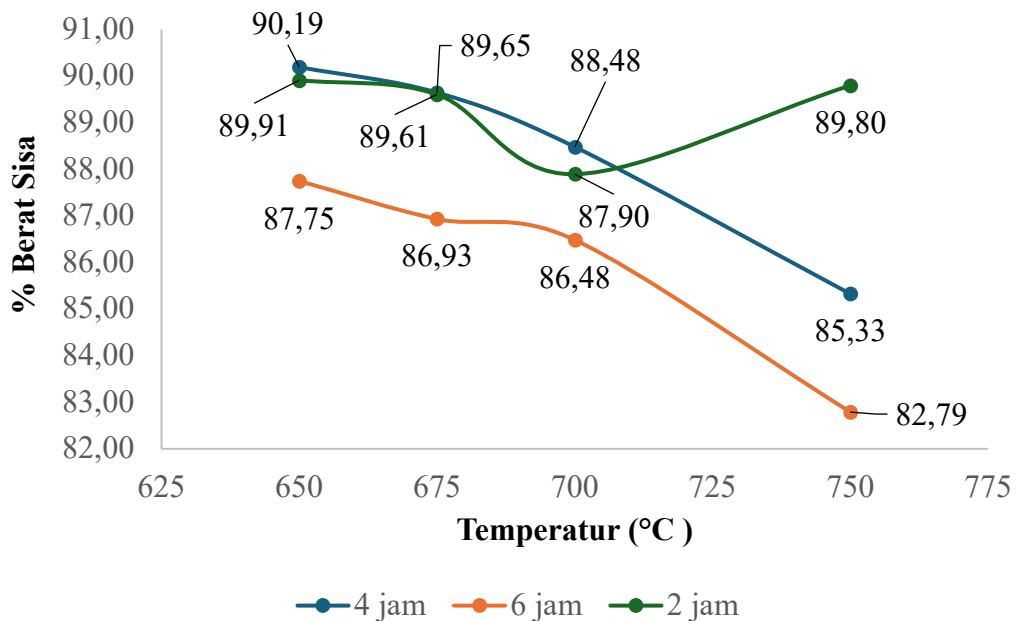
Berdasarkan perhitungan perubahan energi bebas gibbs ( $\Delta G^\circ$ ) pada dekomposisi

dari  $\text{MgCO}_3$  dimulai dari temperatur  $420^\circ\text{C}$  dengan nilai  $-40$  J/mol sedangkan untuk  $\text{CaCO}_3$  dimulai dari temperatur  $898^\circ\text{C}$  dengan nilai  $-80$  J/mol. Berdasarkan perhitungan  $\Delta G^\circ$  rentang temperatur  $420$ - $898^\circ\text{C}$  merupakan dimana akan dilakukan variasi pada temperatur kalsinasi pada penelitian ini.



**Gambar 4.3** Nilai  $\Delta G^\circ$  Reaksi Dekomposisi  $\text{MgCO}_3$  dan  $\text{CaCO}_3$

Dengan melihat karakterisasi DTA-TGA dan Nilai  $\Delta G^\circ$  maka pada penelitian ini dilakukan percobaan kalsinasi magnesium karbonat dengan kalsinasi parsial. Pada penelitian ini proses kalsinasi diharapkan akan mengubah senyawa magnesium dalam sampel limbah *brine water* dari karbonat menjadi oksida, sedangkan untuk senyawa kalsium tidak terjadi proses dekomposisi. Pada penelitian ini variasi temperatur kalsinasi dimulai dari temperatur  $650^\circ\text{C}$ ,  $675^\circ\text{C}$ ,  $700^\circ\text{C}$  dan  $750^\circ\text{C}$  dengan waktu lamanya kalsinasi 2 jam, 4 jam dan 6 jam .

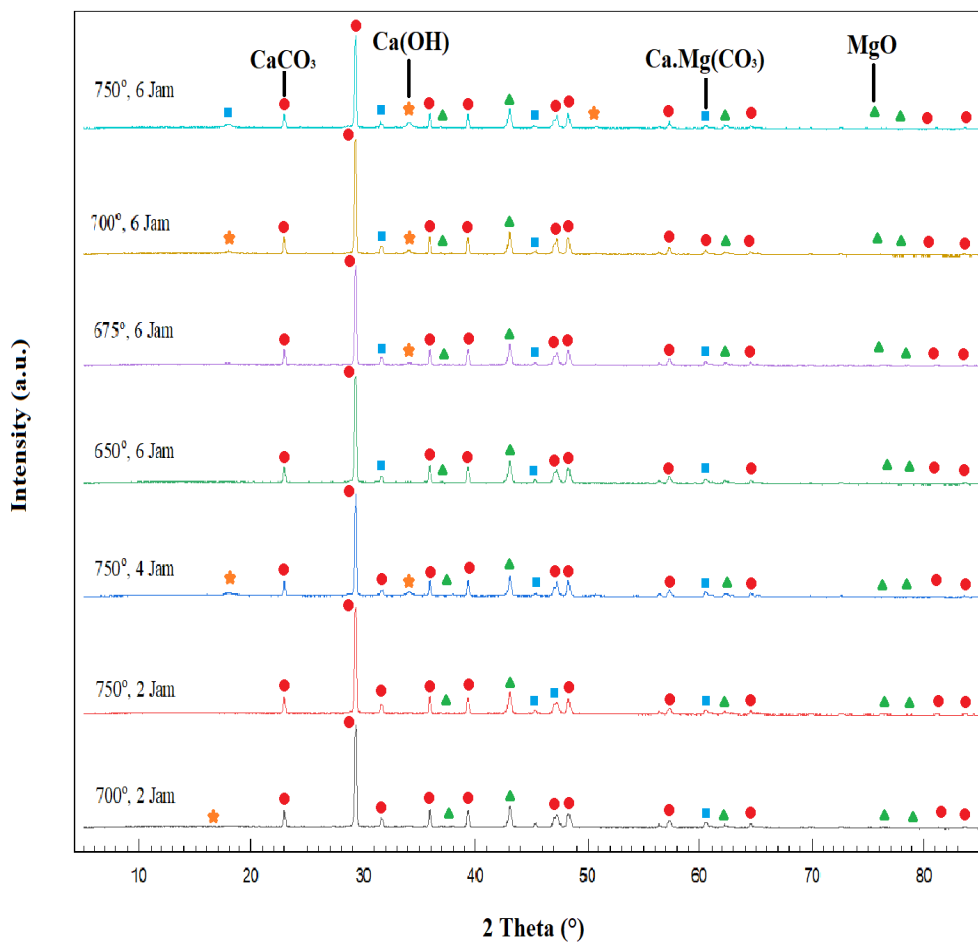


**Gambar 4.4** Grafik Persen Berat Terbaik Hasil Kalsinasi

Berdasarkan gambar 4.4 diketahui bahwa temperatur proses kalsinasi lebih berperan terhadap %berat sisa jika dibandingkan dengan waktu proses kalsinasi. Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan Sulistiyono tahun 2013 semakin tinggi dan lama temperatur maka %berat sisa semakin rendah, hal tersebut sesuai dengan hasil kalsinasi pada penelitian ini akan tetapi ada perbedaan pada temperatur 700°C;2 jam %berat sisa hasil tersebut lebih rendah dibandingkan dengan 750°C;2 jam maka dari itu pada sampel tersebut memerlukan karakterisasi lebih lanjut. Berdasarkan penelitian Yunanti M. D. (2019) dekomposisi magnetit terjadi pada rentang temperatur 402°C -750°C.

Berdasarkan Gambar 4.4 hasil persen berat sisa terbaik terdapat pada setiap variasi temperatur 750°C dan waktu 6 jam maka seluruh sampel tersebut diperlukan pengamatan lebih lanjut dengan analisis XRD untuk melihat fasa apa saja yang

terbentuk dan dilakukan pengamatan lebih lanjut pada sampel dengan temperatur 700°C dan waktu 2 jam dikarenakan persen berat sisa yang cukup rendah yaitu 87,9% jika dibandingkan dengan variasi yang lain.

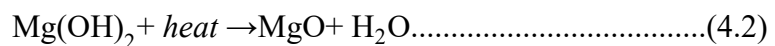


**Gambar 4.5** Karakterisasi XRD pada sampel 700°C,2 jam; 750°C,2 jam; 750°C,4jam; 650°C,6 jam; 675°C,6 jam; 700°C,6 jam dan 750°C,6 jam

Hasil karakterisasi XRD pada sampel 700°C,2 jam; 750°C,2 jam; 750°C,4jam; 650°C,6 jam; 675°C,6 jam; 700°C,6 jam dan 750°C,6 jam dapat dilihat pada Gambar 4.5. Analisis XRD dimulai dengan sudut 2θ sebesar 5-85°.

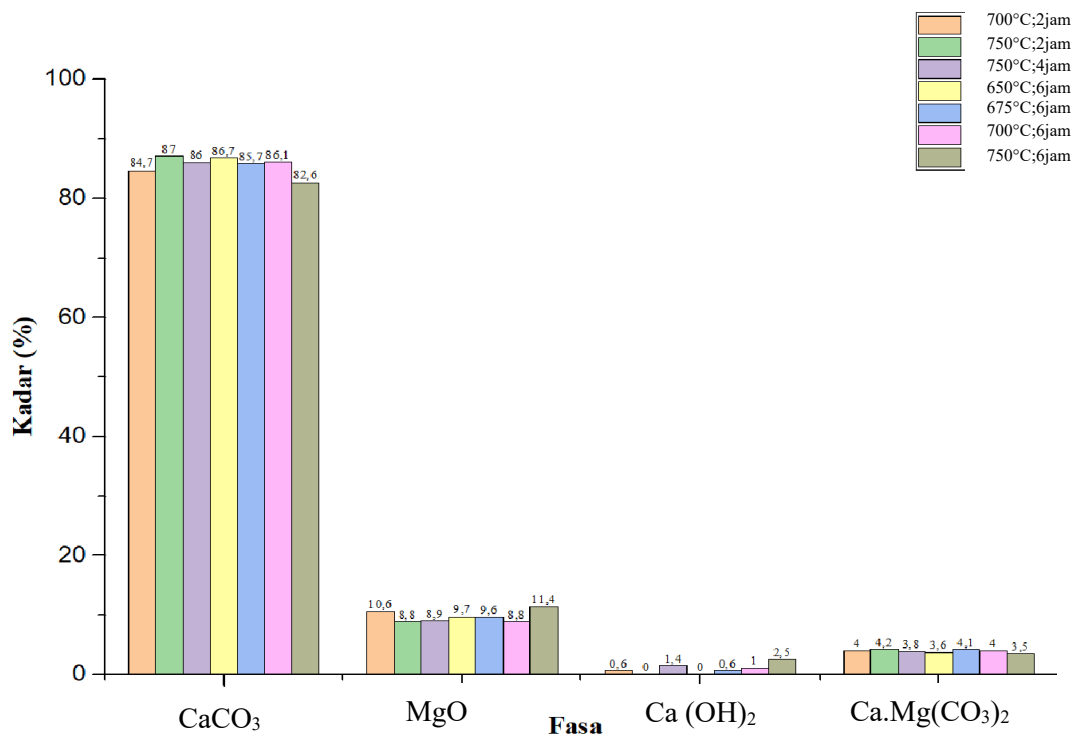
Berdasarkan hasil analisis XRD yang sudah diolah menunjukkan bahwa terjadi transformasi fasa dari  $\text{MgCO}_3$  menjadi  $\text{MgO}$  seperti yang ditunjukkan reaksi (3.1) berhasil dilakukan. Selain fasa  $\text{MgO}$  terdapat pula beberapa fasa  $\text{Ca(OH)}_2$  dan fasa  $\text{Mg.Ca(CO}_3)_2$  yang terbentuk. Berdasarkan hasil analisis XRD proses kalsinasi sudah dapat dikatakan parsial, karena pada hasil XRD tidak memperlihatkan  $\text{CaO}$  yang terbentuk dan temperatur  $748^\circ\text{C}$  merupakan temperatur dekomposisi  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$ . Berdasarkan karakterisasi DTA-TGA pada Gambar 4.1 limbah *brine water* akan mengalami kehilangan massa berat ketika sudah berada pada rentang temperatur  $748^\circ\text{C}$ - $1000^\circ\text{C}$ . Hal tersebut terjadi karena pada limbah *brine water* terkandung 95%  $\text{CaCO}_3$ . Berdasarkan penelitian Sulistiyono E tahun (2022) tentang perubahan fasa pada proses kalsinasi dolomit, peak  $\text{CaO}$  mulai terlihat pada temperatur  $725^\circ\text{C}$ .

Selain menghasilkan  $\text{MgO}$  kalsinasi pada sampel limbah *brine water* menghasilkan fasa  $\text{Ca(OH)}_2$ . Pembentukan  $\text{Ca(OH)}_2$  dalam kalsinasi dikarenakan ada reaksi antara  $\text{CaO}$  yang higroskopis dengan uap air membentuk  $\text{Ca(OH)}_2$  menurut Sulistiyono E tahun (2022). Sumber air dalam pembentukan  $\text{Ca(OH)}_2$  berasal dari air hidrat pada *brucit*  $\text{Mg(OH)}_2$ , dengan reaksi pelepasan air dan pembentukan  $\text{Ca(OH)}_2$  pada persamaan 4.2 dan 4.3 sebagai berikut:



Berdasarkan hasil analisis XRD menggunakan *highscore plus* (Gambar 4.2) bahwa limbah *brine water* memiliki tiga fasa utama yaitu *calcite* ( $\text{CaCO}_3$ ), *brucite* ( $\text{Mg(OH)}_2$ ) dan *magnesite* ( $\text{MgCO}_3$ ). Selanjutnya Gambar 4.6 menampilkan persen

kadar sampel yang telah dilakukan kalsinasi parsial, sampel yang telah dikalsinasi memiliki 4 fasa utama seperti yaitu *calcite*, magnesium oksida (MgO), *portlandite* (Ca(OH)<sub>2</sub>) dan dolomit (Mg.Ca(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>). Proses kalsinasi parsial pada penelitian ini dapat dikatakan berlangsung pada keseluruhan variabel dikarenakan tidak terbentuknya fasa CaO pada hasil kalsinasi. Hal tersebut disebabkan karena *magnesite* terjadi dekomposisi pada temperatur 400°C dan berlangsung dengan cepat ketika diatas 550°C [20].



**Gambar 4.6** Hasil Kalkulasi Persentase Fasa pada Proses Kalsinasi Limbah *Brine Water*



### 4.3 Proses *Slaking*

Proses *slaking* dimulai dengan menambahkan *aquadest* pada kalsin sehingga didapatkan bubur magnesium hidroksida. Proses *slaking* memiliki tujuan untuk mencegah terbentuk senyawa karbonat yang terlalu dini karena adanya H<sub>2</sub>O dan CO<sub>2</sub> pada udara bebas. Pada penelitian ini kalsin ditambahkan air dengan rasio perbandingan 35 g/87,5 ml air. Berikut merupakan Hasil proses *slaking* yang dapat dilihat pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3** Hasil Proses *Slaking*

No	Temperatur (°C)	Waktu (Jam)	Input		pH	Penambahan Berat
			Kalsin (g)	Volume Air (ml)		Berat Total (g)
1	650	6	35	87,5	13	120,68
2	675	6	35	87,5	13	121,19
3	700	2	35	87,5	13	117,62
4	700	6	35	87,5	13	115,27
5	750	2	35	87,5	13	120,65
6	750	4	35	87,5	13	121,65
7	750	6	35	87,5	13	121,68

Selama proses *slaking* berlangsung, peningkatan temperatur tidak terjadi atau bisa dikatakan tidak ada *heat* yang keluar, hal tersebut dapat menjadi indikasi bahwa pembentukan CaO selama proses kalsinasi sangat sedikit. Temperatur reaksi

yang dihasilkan ketika CaO bereaksi dengan H<sub>2</sub>O menghasilkan Ca(OH)<sub>2</sub> yang bersifat eksotermis, hal tersebut dapat dibuktikan dengan nilai pembentukan Ca(OH)<sub>2</sub> yang bernilai -876.700 J/mol [21].

Analisis padatan hasil *slaking* menggunakan karakterisasi ICP-OES. Sebelum dilakukan ICP-OES sampel padatan dilakukan *aquaregia* terlebih dahulu untuk melarutkan logam-logam pada padatan hasil *slaking*. Berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan unsur Ca mengalami penurunan kadar ketika dilakukan kalsinasi sesuai dengan hasil karakterisasi XRD. Penurunan kadar Ca pada hasil *slaking* membuktikan pembentukan CaO pada proses kalsinasi belum terjadi.

**Tabel 4.4** Hasil Analisis ICP-OES pada Padatan *Slaking*

No	Temperatur (°C)	Waktu (Jam)	Kadar (%)	
			Ca	Mg
1	Sampel Awal	Sampel Awal	15,87	4,47
2	650	6	4,98	4,73
3	675	6	1,57	2,86
4	700	2	1,55	4,36
5	700	6	4,88	3,11
6	750	2	0,31	3,02
7	750	4	5,78	3,49
8	750	6	6,68	3,67

#### 4.4 Proses Karbonatasi

Proses karbonatasi bertujuan untuk membentuk larutan magnesium bikarbonat dari hasil *slaking* dengan dihembuskan gas CO<sub>2</sub> dalam larutan Mg(OH)<sub>2</sub>. Pada proses ini dilakukan karbonatasi dengan konsentrasi hasil *slaking* 100g/1000 ml *aquadest*. Selanjutnya ditambahkan gas CO<sub>2</sub> selama ± 5 menit hingga pH 8. Hasil proses karbonatasi akan dilakukan proses selanjutnya yaitu filtrasi dengan tujuan untuk memisahkan antara filtrat yang mengandung *hydromagnesite* dan residu yang mengandung CaCO<sub>3</sub> yang tidak ikut beraksi ketika proses karbonatasi.

**Tabel 4.5** Hasil Proses Karbonatasi

No	Temperatur (°C)	Waktu (Jam)	Input		pH	
			Hasil <i>Slaking</i> (g)	Volume Air (ml)	Awal	Akhir
1	650	6	100	1000	13	8
2	675	6	100	1000	13	8
3	700	2	100	1000	13	8
4	700	6	100	1000	13	8
5	750	2	100	1000	13	8
6	750	4	100	1000	13	8
7	750	6	100	1000	13	8

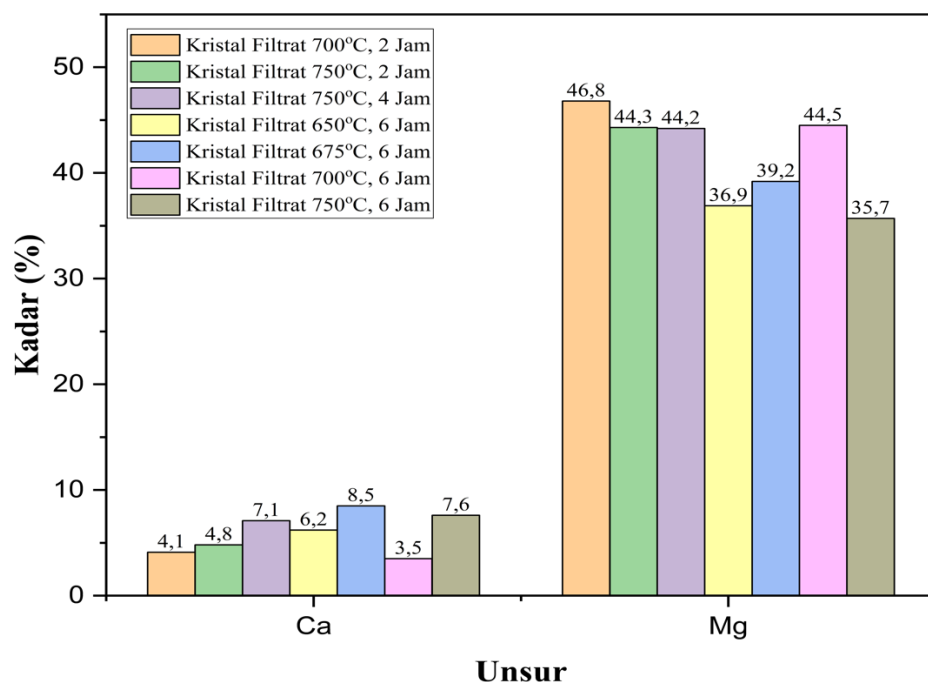
Berdasarkan Tabel 4.5 dapat dilihat setelah karbonatasi terjadi penurunan pH yang awalnya dari pH 13 menjadi pH 8 disebabkan karena pembentukan

magnesium bikarbonat sudah terjadi mengingat pH senyawa bikarbonat adalah 8,1-8,3 [22]. Hal tersebut pun didukung oleh metode yang dilakukan oleh Natasha (2019) pada penelitian tentang sintesis magnesium karbonat dari dolomit, pH ketika dilakukan karbonatasi adalah 8.

#### 4.5 Proses Kristalisasi

Kristalisasi merupakan proses pembentukan kristal dari suatu zat larut dalam pelarut. Tujuan kristalisasi membentuk kristal *basic hydromagnesit*, dan selanjutnya *hydromagnesite* dikeringkan sehingga dihasilkan magnesium kadar tinggi dalam bentuk karbonat. Pada penelitian ini sampel yang telah dilakukan karbonatasi selanjutnya dilakukan filtrasi. Hasil filtrasi berupa filtrat dan residu. Residu dilakukan karakterisasi XRF, XRD dan SEM-EDS untuk mengetahui unsur apa saja yang terkandung sedangkan filtrat dilakukan proses kristalisasi.

##### 4.5.1 Filtrat



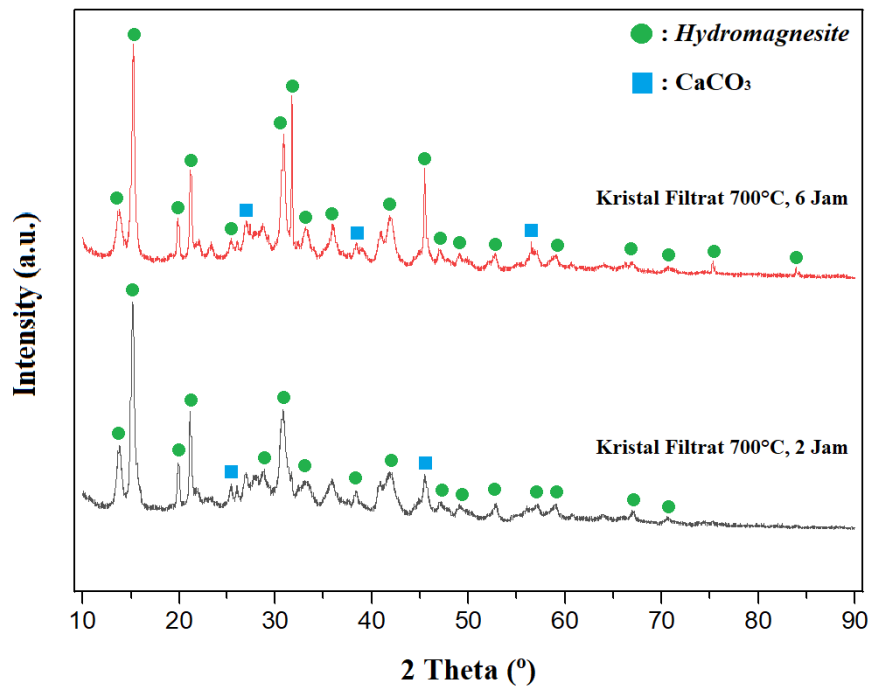
#### **Gambar 4.7** Karakterisasi XRF Kristal Hasil Filtrasi

Berdasarkan Analisis XRF Gambar 4.7 dapat dilihat bahwa kandungan Mg tertinggi pada hasil kristalisasi menunjukkan angka 46,8% dengan variasi temperatur 700°C dan waktu kalsinasi 2 jam, lalu kandungan Mg paling rendah ada pada variasi temperatur 650°C dan waktu 6 jam yang mana merupakan hasil terbaik. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF kristal karbonatasi masih mengandung Ca dengan kadar yang rendah (<8%) yang membuktikan proses pemisahan Mg dan Ca belum berhasil secara maksimal karena masih terdapat unsur Ca. Pada penelitian ini pemisahan Mg dan Ca masih belum terpisah secara maksimal disebabkan konsentrasi kelarutan pada penelitian ini masih cukup tinggi 9,09%, yang mengakibatkan terbentuknya senyawa .

Berdasarkan karakterisasi XRF pada Gambar 4.7 perolehan Mg tertinggi dan Ca relatif cukup rendah terdapat pada sampel 700°C;2jam dan 700°C;6jam, dengan masih mengandung Mg dan Ca sebesar 46,8% dan 4,1% 700°C;2jam sedangkan 44,5% dan 3,5% untuk sampel 700°C;6jam. Pada kedua sampel tersebut akan dilakukan karakterisasi lanjut yaitu XRD untuk melihat fasa apa yang terbentuk pada Mg dan Ca. Selain Mg dan Ca ternyata banyak unsur lain yang ikut terkandung di dalam hasil kristalisasi, seperti Cl, K, P, Si, S, dan Sr yang merupakan unsur yang terkandung dalam limbah *brine water*.

Berdasarkan karakterisasi XRD pada Gambar 4.8 diketahui Mg dan Ca pada filtrat berbentuk sebagai *hydromagnesite* dan  $\text{CaCO}_3$ .

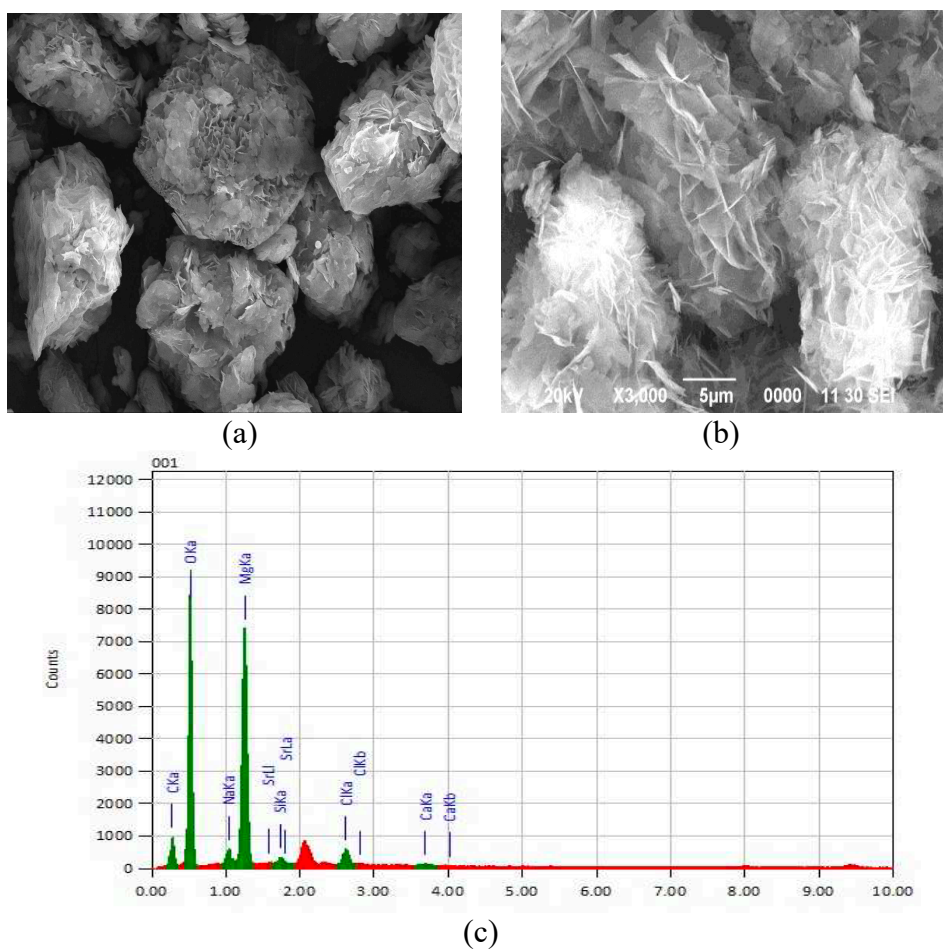
*Hydromagnesite* sendiri merupakan salah satu bentuk dasar dari magnesium karbonat sintetis [24]. Pada sampel 700°C;2jam mengandung *hydromagnesite* sebesar 94,2% dan CaCO<sub>3</sub> 5,8% sedangkan untuk sampel 700°C;6jam mengandung *hydromagnesite* sebesar 93,1% dan CaCO<sub>3</sub> 6,9%. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD sampel 700°C;2jam akan dilakukan karakterisasi SEM-EDS untuk melihat morfologi kristal pada sampel tersebut.



**Gambar 4.8** Karakterisasi XRD Kristal Hasil Kristal Filtrasi Sampel 700°C;2jam, 700°C;6jam

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM-EDS morfologi hasil Kristal filtrat karbonatasi dapat dilihat pada Gambar 4.9. Dapat dilihat hasil SEM menunjukkan bahwa morfologi didominasi oleh kristal *hydromagnesit*, kristal

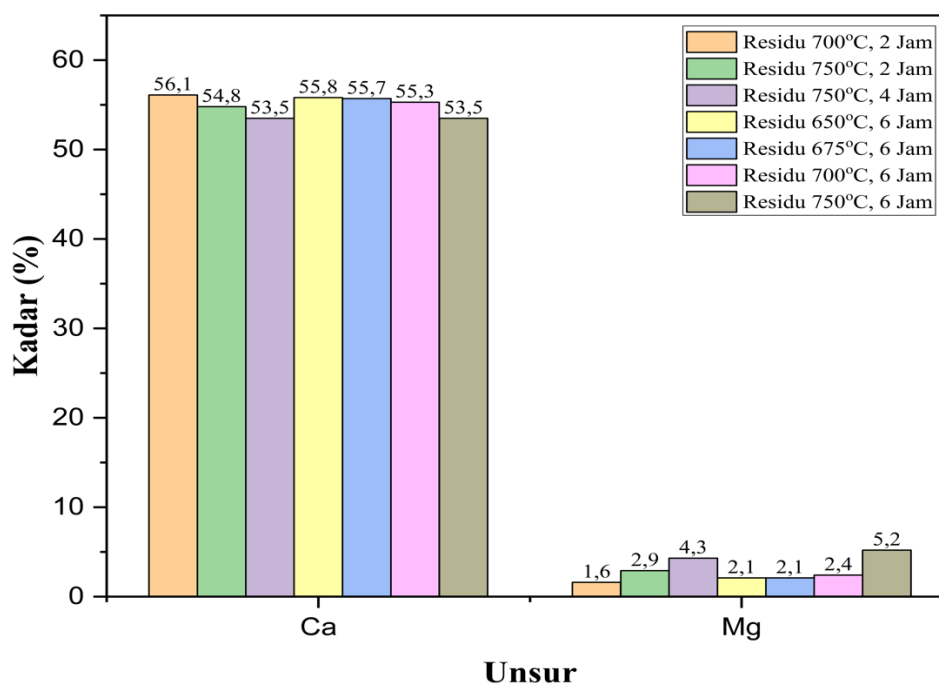
*hydromagnesite* memiliki bentuk seperti kelopak bunga mawar, seperti penelitian yang dilakukan oleh Chen Qiuju (2020) bentuk *hydromagnesite* seperti kelopak bunga mawar. Berdasarkan hasil karakterisasi EDS Mg merupakan unsur kedua setelah oksigen (O) yang mendominasi pada morfologi sebesar  $21,92 \pm 0,23\%$ . Pada penelitian ini memperoleh %ekstraksi untuk Mg sebesar 74,2%.



**Gambar 4.9** (a) Hasil Karakterisasi SEM Kristal Hasil Filtrasi Sampel 700°C;2jam, (b) Literatur Karakterisasi SEM *Hydromagnesite* [24], (c) Hasil Karakterisasi EDS Kristal Hasil Filtrasi Sampel 700°C;2jam

#### 4.5.2 Residu

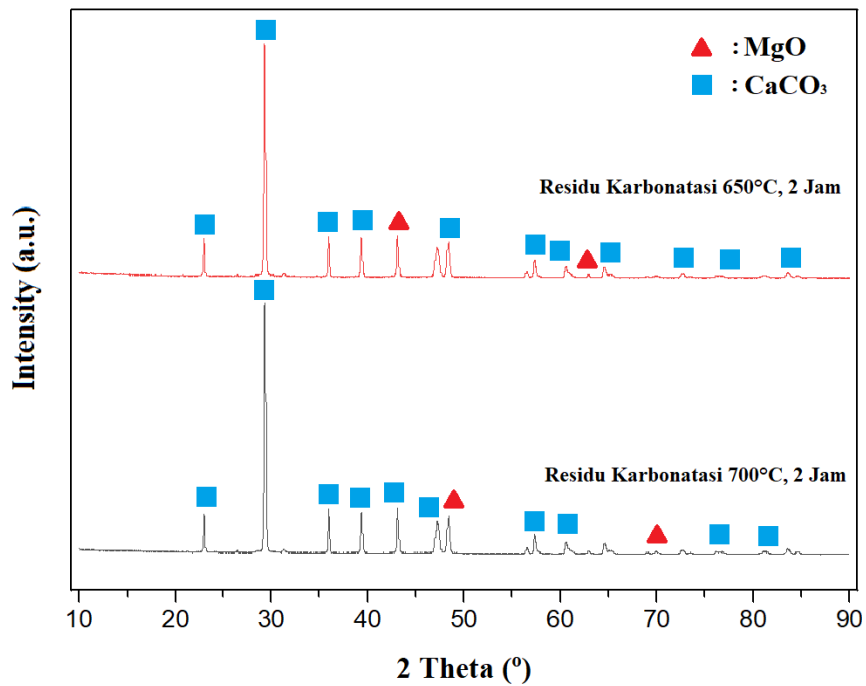
Berdasarkan Analisis XRF pada Gambar 4.10 dapat dilihat bahwa Mg yang terkandung di dalam residu karbonatasi cukup rendah yaitu  $<5,5$ . Ratio MgO/CaO pada residu penelitian ini memiliki rata-rata 0,064 dan hasil ini lebih rendah jika dibandingkan dengan penelitian Sulistiyono tahun 2013 [9] sebesar 0,1025. Penelitian ini pemisahan Mg dan Ca belum terpisah secara maksimal hal tersebut disebabkan, oleh konsentrasi larutan pada proses karbonatasi masih terlalu kental yang menyebabkan Mg tidak bereaksi dengan sempurna yang mengakibatkan Mg dan Ca masih belum terpisah sepenuhnya. Berdasarkan karakterisasi XRF pada sampel 700°C;2jam dan 650°C;6jam merupakan hasil residu terbaik dengan kadar Ca paling tinggi dan Mg paling rendah akan dilakukan karakterisasi XRD.





**Gambar 4.10** Karakterisasi XRF Pada Residu Karbonatasi

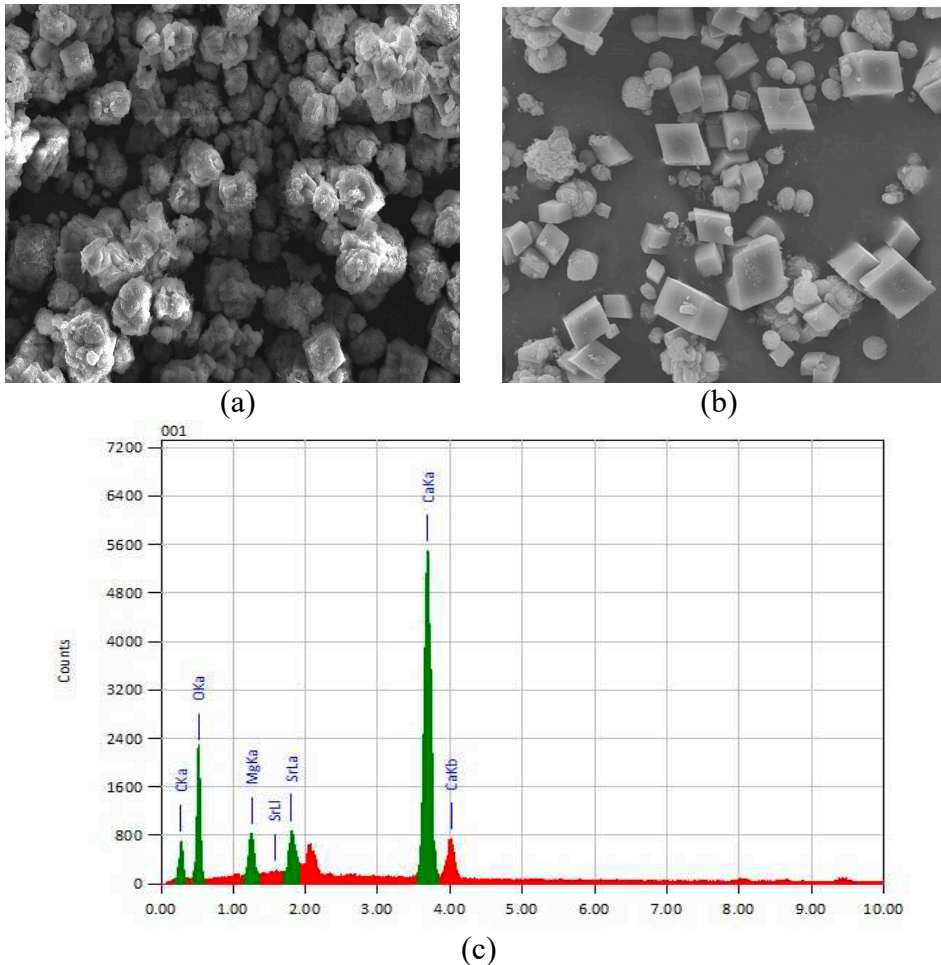
Berdasarkan karakterisasi XRD pada Gambar 4.11 diketahui Mg dan Ca pada filtrat berbentuk sebagai MgO dan CaCO<sub>3</sub>. Pada sampel 700°C;2jam mengandung MgO sebesar 0,7% dan CaCO<sub>3</sub> 99,2% sedangkan untuk sampel 650°C;6jam mengandung MgO sebesar 5,1% dan CaCO<sub>3</sub> 94,9%. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD sampel 700°C;2jam akan dilakukan karakterisasi SEM-EDS untuk melihat morfologi kristal pada sampel tersebut.



**Gambar 4.11** Karakterisasi XRD Residu Karbonatasi Sampel 700°C;2jam,  
650°C;6jam

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM-EDS morfologi residu karbonatasi dapat dilihat pada Gambar 4.12. Dapat dilihat hasil SEM menunjukkan bahwa residu didominasi oleh unsur CaCO<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub> memiliki

bentuk seperti kubus, seperti penelitian yang dilakukan oleh Muryanto 2018 bentuk  $\text{CaCO}_3$  seperti kubus. Berdasarkan hasil karakterisasi EDS Ca merupakan unsur kedua setelah oksigen yang mendominasi pada morfologi sebesar  $29,76 \pm 1,34\%$ .



**Gambar 4.12** (a) Hasil Karakterisasi SEM Residu Sampel  $700^\circ\text{C}; 2\text{jam}$ , (b) Literatur Karakterisasi SEM  $\text{CaCO}_3$  [26], (c) Hasil Karakterisasi EDS Residu Sampel  $700^\circ\text{C}; 2\text{jam}$

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Berdasarkan hasil kalsinasi semakin tinggi temperatur maka magnesium karbonat akan semakin mudah terkalsinasi menjadi MgO. Akan tetapi pada temperatur 700°C, kalsium karbonat dalam limbah juga mulai terkalsinasi membentuk CaO. Untuk memperoleh magnesium karbonat maka temperatur tidak boleh lebih dari 700°C.
2. Terdapat unsur kalsium pada filtrat temperatur 700°C dengan waktu 2 jam dapat dilihat dari hasil XRF pada filtrat yang masih mengandung magnesium 46,8% dan kalsium 4,1%.
3. Pada kondisi kalsinasi temperatur 700°C dengan waktu 2 jam merupakan kondisi terbaik pada penelitian ternyata ion magnesium dalam filtrat masih cukup rendah yaitu 46,8% masih jauh dari target perolehan 90% dan ion kalsium dalam filtrat yang cukup tinggi yaitu 4,1%.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, adapun saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya sebagai berikut:

1. Melakukan percobaan kalsinasi pada temperatur yang lebih rendah yaitu di bawah  $700^{\circ}\text{C}$  untuk menghindari kalsinasi kalsium karbonat
2. Proses kalsinasi pada temperatur di bawah  $700^{\circ}\text{C}$  masih berlangsung lambat maka perlu dilakukan penambahan waktu kalsinasi lebih lama diatas 8 jam.
3. Melakukan percobaan dengan menambahkan variabel konsentrasi larutan pada proses karbonatasi agar memperoleh kandungan Mg lebih dari 90%.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Erlina Yustanti, "Ekstraksi Calcite dan Hydromagnesite Dalam Dolomit Secara Hidrasi dan Karbonatasi," , Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia, Depok, 2004.
- [2] Andliswarman, "Proses Ekstraksi MgO Dari Mineral Dolomit dan Analisis Techno Economic Proses Produksi," Tesis Magister Bidang Ilmu Material, Universitas Indonesia, Depok, 2003.
- [3] Pradyot Patnaik, *Handbook of inorganic chemicals*. New York: The McGraw-Hill Companies Inc, 2003.
- [4] D. Eliezer, E. Aghion, dan F. Froes, "Magnesium Science, Technology and Applications," *Advanced Performance Material*, vol.5, hlm. 201-212, 1998.
- [5] S. Ruan, E. H. Yang, dan C. Unluer, "Production of reactive magnesia from desalination reject brine and its use as a binder," *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*, vol. 44, Feb 2021, doi: 10.1016/j.jcou.2020.101383.
- [6] N. Chrisayu Natasha, J. Irawan, E. Sulistiyono, F. Eka Yunita, dan A. R. Rhamdani, "Uji Karakteristik Magnesium Karbonat Sintetis Dari Mineral Dolomit," *Seminar Nasional Sains dan Teknologi*, 2019, ISSN : 2407-1846.
- [7] B. Kaur dan S. N. Bhattacharya, "Automotive dyes and pigments," *Handbook of Textile and Industrial Dyeing*, Elsevier, 2011, hlm. 231–251. doi: 10.1533/9780857094919.2.231.
- [8] H. Gelai, M. Pijolat, K. Nahdi, M. Trabelsi-Ayadi, "Mechanism of Growth of MgO and CaCO<sub>3</sub> During a Dolomite Partial Decomposition," *Journal Solid State Ionics*, hlm. 1039–1047, 2007.
- [9] Sulistiyono, E. "Pembuatan Nano Magnesium Karbonat Hasil Ekstraksi Mineral Dolomit Dengan Gelombang Ultrasonik" Doctoral dissertation, Thesis Universitas Indonesia, 2013.

- [10] B. S. Lalia, A. Khalil, dan R. Hashaikah, "Selective electrochemical separation and recovery of calcium and magnesium from brine," *Sep Purif Technol*, vol. 264, Jun 2021, doi: 10.1016/j.seppur.2021.118416.
- [11] H. Dong, E. H. Yang, C. Unluer, F. Jin, dan A. Al-Tabbaa, "Investigation of the properties of MgO recovered from reject brine obtained from desalination plants," *J Clean Prod*, vol. 196, hlm. 100–108, Sep 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.06.032.
- [12] Sriatun, Taslimah, Suhartana, *Buku Ajar KIMIA UNSUR*, 1st ed. UPT UNDIP Press Semarang, 2012, ISBN: 978-602-097-309-8.
- [13] SAMCO TECHNOLOGIES, *A Fundamental Guide to Brine Waste Treatment Systems*. SAMCO, 2016.
- [14] L. H. Lalasari, M. K. Widowati, N. C. Natasha, E. Sulistiyono, and A. B. Prasetyo, "The Synthesis of Calcium Salt from Brine Water by Partial Evaporation and Chemical Precipitation," *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 2017, doi: 10.1088/1757-899X/176/1/012040.
- [15] M. A. Ponka, D. N. Sahdarani, D. T. Kurniadi, D. A. Yoga, F. M. H. Sihombing, and Supriyanto, "Hydrogeochemical model of Ciseeng geothermal field, Bogor, West Java," *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science*, vol. 538, pp. 1–7, doi:10.1088/1755-1315/538/1/012029.
- [16] E. Herald, K. D. Nugrahaningtyas, dan H. Heriyanto, "Calcination on Ca-Mg-Al Hydrotalcite from Brine Water and Its Characterization," *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, vol. 13, no. 2, Sep 2017, doi: 10.20961/alchemy.v13i2.5606.
- [17] T. M. Setyoningrum, W. Murni, G. Haryono, R. Maslakhah, D. Riris, and I. Murti, "Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia 'Kejuangan' Pemurnian Batuan Emas Ramah Lingkungan Menggunakan Teknik Sink and Flotation dengan Media Tribromometana," *Jurusan Teknik Kimia*, pp. 14–15, 2020.

- [18] M. D. Yuniati, F. C. M. P. Wawuru, A. T. Mursito, I. Setiawan, dan L. Lintjewas, "The Characteristics of Padamarang Magnesite under Calcination and Hydrothermal Treatment," *Riset Geologi dan Pertambangan-Geology and Mining Research*, vol. 29, no. 2, pp. 153-162, 2019.
- [19] E. Sulistiyono dan L. H. Lalasari, "Karakteristik Perubahan Fasa Pada Proses Kalsinasi Dolomit Dengan Metode Kalkulasi MATCH! 3," *Prosiding Semnastek*, 2022.
- [20] M. Seeger, W. Otto, W. Flick, F. Bickelhaupt, dan O. S. Akkerman, "Magnesium Compounds," *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Wiley, 2011. doi: 10.1002/14356007.a15\_595.pub2.
- [21] D. R. Gaskell, *Introduction to the Thermodynamics of Materials*, 6th ed. Boca Raton: CRC Press, 2018.
- [22] G. S. Romadhona, R. Kautsarrany, A. Ariani, and E. Yulianto, "Pengaruh Jenis Campuran Batubara terhadap Kebutuhan Alkali Air Laut dalam Menyerap Gas SO<sub>2</sub> Hasil Pembakaran Batubara di PT Paiton Operation and Maintenance Indonesia," *DISTILAT: Jurnal Teknologi Separasi*, vol. 8, no. 3, pp. 654-662, 2022.
- [24] E. Sulistiyono, A. Manaf, dan Firdiyono, "Pengaruh Media Suspensi Terhadap Proses Ultrasonic Milling Pada Partikel Hydromagnesite." *Majalah Metalurgi*, vol.27, no. 2, hlm 135-140, 2012, ISSN 0216-3188.
- [25] Q. Chen, T. Hui, H. Sun, T. Peng, dan W. Ding, "Synthesis of magnesium carbonate hydrate from natural talc," *Open Chem*, vol. 18, no. 1, hlm. 951–961, Jan 2020, doi: 10.1515/chem-2020-0154.
- [26] S. Muryanto, S. Sutanti, E. Supriyo, dan W. A. Putranto, "Effects of malonic acid on calcium carbonate crystalline phases and morphology," *Atlantis Press*, 2018. doi: 10.2991/icst-18.2018.64.
- [27] Brin, "Jasa Analisis Differentiak Thermal Analysis (DSC)-TGA", Elsabrin, [Online]. Tersedia: <https://elsa.brin.go.id/layanan/index/JASA%20ANALISIS%20Differential%20Thermal%20Analysis%20DSC%20-%20TGA/304> [Diakses: 6 Juni 2024].

- [28] Tokoalatlobalatorium " Apa itu SEM(Scanning Electron Microscope)?", Alat labor61wordpress, [Online]. Tersedia: <https://alatlabor61.wordpress.com/2020/05/11/apa-itu-sem-scanning-electron-microscope/> [Diakses: 6 Juni 2024].



**LAMPIRAN A**  
**CONTOH PERHITUNGAN**

## Lampiran A. Contoh Perhitungan

### A.1 Perhitungan Pembuatan *Aquaregia*

Diketahui:

Penggunaan Larutan HCl = 75%

Penggunaan Larutan HNO<sub>3</sub> = 25%

Volume Kebutuhan = 50 ml

Perhitungan

Volume Kebutuhan x Penggunaan HCl

$$\text{HCl} = 75\% \times 50 \text{ ml}$$

$$\text{HCl} = 37,5 \text{ ml}$$

$$\text{HNO}_3 = 25\% \times 50 \text{ ml}$$

$$\text{HNO}_3 = 12,5 \text{ ml}$$

### A.2 Perhitungan %kadar hasil XRF

Diketahui

Mr MgO = 40 g/mol

Ar Mg = 24 g/mol

Ar O = 16 g/mol

Perhitungan penggunaan Kadar Mg di dalam MgO

$$\% \text{ Kadar Mg} = \frac{\text{Ar Mg}}{\text{Mr MgO}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kadar Mg} = \frac{24 \text{ g/mol}}{16 \text{ g/mol}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kadar Mg} = 60\%$$

Di dalam MgO tersusun atas 60% Mg dan 40% O

$$\text{MgO} = 77,6\%$$

$$\text{Mg} = 77,6\% \cdot 60\%$$

$$\text{Mg} = 46,8\%$$

### A.3 Perhitungan %kadar hasil Analisa ICP

Diketahui

$$\text{Volume awal} = 50 \text{ ml}$$

$$\text{Pengenceran} = 1000x$$

$$\text{Massa sampel} = 1,1 \text{ g}$$

$$1\% = 10000 \text{ ppm}$$

Contoh Perhitungan %kadar Ca:

$$\% \text{kadar Ca} = \frac{\text{Volume awal} \times \text{pengenceran} \times \text{hasil ICP}}{\text{Massa sampel} \times 10000}$$

$$\% \text{kadar Ca} = \frac{50 \times 1000 \times 3,49052}{1,1 \times 10000}$$

$$\% \text{kadar Ca} = 15,87\%$$

### A.4 Perhitungan Nilai $\Delta G^\circ$

Diketahui

$$\Delta H^\circ \text{MgCO}_3 = 117.600$$

$$\Delta S^\circ \text{MgCO}_3 = -170$$

$$T \text{ (K)} = 273$$

Perhitungan

$$\Delta G^{\circ} = \Delta H^{\circ} - T \Delta S^{\circ}$$

$$\Delta G_{298}^{\circ} = 117.600 - ((298) - 170)$$

$$\Delta G_{298}^{\circ} = 71.190 \text{ J/Mol}$$

#### A.5 %Ekstraksi

Diketahui

$$C = 6 \text{ gram}$$

$$c = 46,8\%$$

$$F = 49,57 \text{ gram}$$

$$f = 7,73\%$$

Perhitungan

$$\% \text{Ekstraksi} = \frac{C \times c}{F \times f}$$

$$\% \text{Ekstraksi} = \frac{6 \text{ gram} \times 46,8\%}{49,57 \text{ gram} \times 7,73\%}$$

$$\% \text{Ekstraksi} = 74,2\%$$

**LAMPIRAN B**  
**DATA PENELITIAN**

Lampiran B. Data Penelitian

B.1 Data XRF Awal Limbah *Brine Water*

**Tabel B.1** Data XRF Awal Limbah *Brine Water*

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (%)</b>
Ca	30	K	0,14
Mg	7,63	Ba	0,105
Sr	5,8	S	0,0868
Na	5,03	Br	0,0154
Cl	2,25	Sn	0,0155
Si	1,63	Rb	0,0037
Zr	1,17	Cd	0,0013

**Tabel B.2** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 700°C ; 2 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	77,6	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2
Cl	6,2	SrO	1,6
CaO	5,7	SO <sub>3</sub>	1,4
SiO <sub>2</sub>	5,3	K <sub>2</sub> O	0,2

**Tabel B.3** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 750°C ; 2 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	73,4	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,9
SiO <sub>2</sub>	7,8	SO <sub>3</sub>	1,5
Cl	7	SrO	1,3
CaO	6,7	K <sub>2</sub> O	0,2

**Tabel B.4** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 750°C ; 4 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	73,2	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,7
CaO	10	SO <sub>3</sub>	1,6
SiO <sub>2</sub>	6,1	SrO	1,4
Cl	5,5	K <sub>2</sub> O	0,5

**Tabel B.5** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 650°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	61,2	SO <sub>3</sub>	3,1
Cl	18,9	SiO <sub>2</sub>	2,5
CaO	8,7	SrO	1,7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3,2	K <sub>2</sub> O	0,8

**Tabel B.6** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 675°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	64,9	SO <sub>3</sub>	2,8
Cl	12,2	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2,1
CaO	11,9	K <sub>2</sub> O	0,9
SrO	5	SiO <sub>2</sub>	n.d.

**Tabel B.7** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 700°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	73,8	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2
Cl	9,2	SO <sub>3</sub>	1,9
SiO <sub>2</sub>	6,6	SrO	1,1
CaO	4,9	K <sub>2</sub> O	0,5

**Tabel B.8** Data XRF Sampel Filtrat Kalsinasi 750°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
MgO	59,2	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3,2
Cl	19,6	SrO	1,9
CaO	10,7	SiO <sub>2</sub>	1,3
SO <sub>3</sub>	3,2	K <sub>2</sub> O	1,1



**Tabel B.9** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 700°C ; 2 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	78,4	Cl	0,3
SrO	17,8	SO <sub>3</sub>	0,1
MgO	10,7	K <sub>2</sub> O	0,1
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5		

**Tabel B.10** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 750°C ; 2 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	76,7	Cl	0,3
SrO	17,5	SO <sub>3</sub>	0,2
MgO	4,7	K <sub>2</sub> O	0,1
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5		

**Tabel B.11** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 750°C ; 4 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	74,9	Cl	0,3
SrO	16,9	SO <sub>3</sub>	0,2
MgO	7,2	K <sub>2</sub> O	0,1
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4		

**Tabel B.12** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 650°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	74,9	Cl	0,3
SrO	17,5	SO <sub>3</sub>	0,2
MgO	3,4	K <sub>2</sub> O	0,2
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4		

**Tabel B.13** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 650°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	77,9	Cl	0,3
SrO	17,4	SO <sub>3</sub>	0,2
MgO	3,5	K <sub>2</sub> O	0,1
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4		

**Tabel B.14** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 650°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	77,9	Cl	0,3
SrO	17,3	SO <sub>3</sub>	0,2
MgO	4	K <sub>2</sub> O	0,1
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5		

**Tabel B.15** Data XRF Sampel Residu Kalsinasi 750°C ; 6 jam

<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>	<b>Formula</b>	<b>Kadar (%)</b>
CaO	77,9	Cl	0,4
SrO	16,8	SO <sub>3</sub>	0,2
MgO	8,6	K <sub>2</sub> O	0,1
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4		

**Tabel B.16** Data ICP-OES Sampel Sebelum Kalsinasi

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>
Ca	3,49052	Cr	n.d
Na	1,29391	Mn	n.d.
Mg	0,982422	Cu	n.d
K	0,842056	Ni	n.d.
Al	0,554	Pb	n.d.
Ag	0,190631	Si	n.d.
Fe	n.d.	Sn	n.d.
B	n.d	Ti	n.d.
Li	n.d.	Zn	n.d.

**Tabel B.17** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 700°C ; 2 jam

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>
Na	2,81598	Ca	0,304118
Pb	1,21425.	B	0,118914
K	1,01589	Fe	n.d.
Mg	0,960045	Ni	n.d.
Al	0,5786795	Mn	n.d.
Ag	0,528321	Si	n.d.
Cu	0,471303	Sn	n.d.
Li	0,499709	Ti	n.d.
Cr	0,49499	Zn	n.d.

**Tabel B.18** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 750°C ; 2 jam

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>
Na	10,5444	B	n.d
K	2,04272	Mn	n.d.
Mg	0,664074	Cr	n.d.
Al	0,555085	Ni	n.d.
Ag	0,191257	Pb	n.d.
Ca	0,068854	Si	n.d.
Fe	n.d.	Sn	n.d.
Cu	n.d	Ti	n.d.
Li	n.d.	Zn	n.d.

**Tabel B.19** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 750°C ; 4 jam

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>
Ca	1,27138	B	n.d
Na	0,970478	Mn	n.d.
K	0,798433	Cr	n.d.
Mg	0,768273	Ni	n.d.
Al	0,534895	Pb	n.d.
Ag	0,206031	Si	n.d.
Fe	n.d.	Sn	n.d.
Cu	n.d	Ti	n.d.
Li	n.d.	Zn	n.d.

**Tabel B.20** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 650°C ; 6 jam

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>
Na	4,46367	Fe	n.d.
K	1,14505	Mn	n.d.
Ca	1,09647	Cr	n.d.
Mg	1,03995	Ni	n.d.
Al	0,556526	Pb	n.d.
Ag	0,515208	Si	n.d.
Li	0,504707	Sn	n.d.
Cu	0,441177	Ti	n.d.
B	0,156799	Zn	n.d.

**Tabel B.21** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 6750°C ; 6 jam

Unsur	Kadar (PPM)	Unsur	Kadar (PPM)
K	0,925141	B	n.d
Na	0,752062	Mn	n.d.
Mg	0,628903	Cr	n.d.
Al	0,501475	Ni	n.d.
Ca	0,345387	Pb	n.d.
Ag	0,196783	Si	n.d.
Fe	n.d.	Sn	n.d.
Cu	n.d	Ti	n.d.
Li	n.d.	Zn	n.d.

**Tabel B.22** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 700°C ; 6 jam

Unsur	Kadar (PPM)	Unsur	Kadar (PPM)
Ca	1,07345	B	n.d
Na	0,734952	Mn	n.d.
Mg	0,683466	Cr	n.d.
K	0,656395	Ni	n.d.
Al	0,494702	Pb	n.d.
Ag	0,176636	Si	n.d.
Fe	n.d.	Sn	n.d.
Cu	n.d	Ti	n.d.
Li	n.d.	Zn	n.d.

**Tabel B.23** Data ICP-OES Sampel Kalsinasi 750°C ; 6 jam

<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kadar (PPM)</b>
Na	2,03574	B	n.d
Ca	1,47053	Mn	n.d.
Mg	0,807103	Cr	n.d.
K	0,9395	Ni	n.d.
Ag	0,195922	Pb	n.d.
Al	0,522481	Si	n.d.
Fe	n.d.	Sn	n.d.
Cu	n.d	Ti	n.d.
Li	n.d.	Zn	n.d.

**LAMPIRAN C**

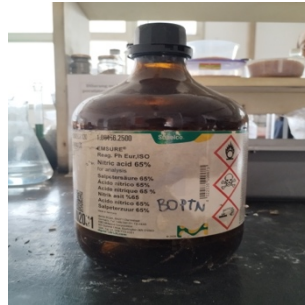
**GAMBAR ALAT DAN BAHAN**



## Lampiran C. Gambar Alat dan Bahan



**Gambar C.1** Asam Klorida



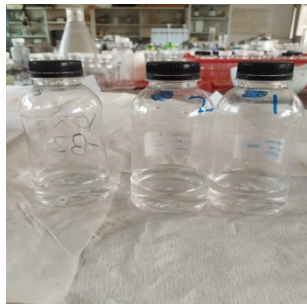
**Gambar C.2** Asam Nitrat



**Gambar C.3** *Aquadest*



**Gambar C.4** Ayakan



**Gambar C.5** Botol Plastik 100 ml



**Gambar C.6** Batang Pengaduk



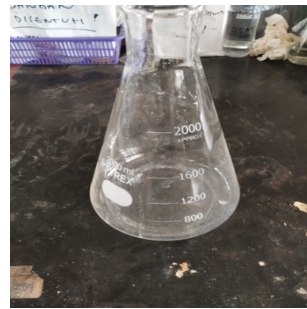
**Gambar C.7** Bulp



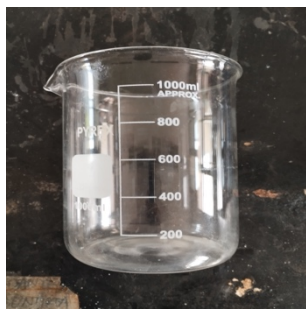
**Gambar C.8** Cawan Porselin



**Gambar C.9** Corong



**Gambar C.10** Erlenmayer



**Gambar C.11** Gelas Baker



**Gambar C.12** Gelas Ukur



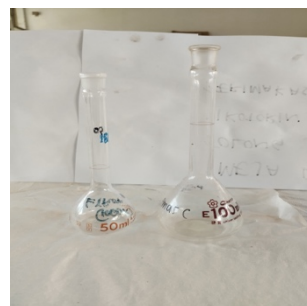
**Gambar C.13** Hot Plate



**Gambar C.14** Kaca Arloji



**Gambar C.15** Kertas Saring



**Gambar C.16** Labu Ukur



**Gambar C.17** Limbah *Brine Water*



**Gambar C.18** Mortar



**Gambar C.19** *Muffel Furnace*



**Gambar C.20** Neraca Digital



**Gambar C.21** pH Meter



**Gambar C.22** Pipet Tetes



**Gambar C.23** Pipet Volume



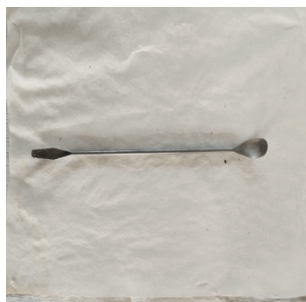
**Gambar C.24** Sarung Tangan Latex



**Gambar C.25** Sarung Tangan Tahan Panas



**Gambar C.26** Magnetic Bar



**Gambar C.27** Sapatula



**Gambar C.28** Oven



**Gambar C.29** Tang Penjepit



**Gambar C.30** Termometer



**Gambar C.31** Gas CO<sub>2</sub>

