

**ISOLASI KALSIUM OKSIDA (CAO) PADA CANGKANG SOTONG
(CUTTLEFISH) DENGAN PROSES KALSINASI
MENGUNAKAN ASAM NITRAT DALAM PEMBUATAN
PRECIPITATED CALSIUM CARBONAT (PCC)**

Meilianti

Program Studi Teknik Kimia, Politeknik Negeri Sriwijaya

Jl. Srijaya Negara Bukit Besar Palembang,

Tlp (0711) 353414. Fax (0711)355918.

*Penulis Korespondensi : meilianh3@gmail.com

ABSTRACT

Cuttlefish also called cuttlefish bone is internal skin utilized a cuttlefish. Cuttlefish shells in the form of solid wastes that are not mature and have not been optimally. Solid waste in the form of shells only used as a bird feed and tortoise because they contain calcium carbonate, sodium chloride, calcium phosphate, and magnesium salt with calcium contents calcium carbonate around 85% calcium powder to obtain levels of field, such as health, food, and for high carbonate (CaO) recovery processes and determining the best temperature of the calcined shell to produce precipitated calcium carbonate (PCC). In the process of dry sciling (powder) process at a temperature of 800°C, 850°C, 900°C, 950°C, and 1000°C specified 30 minutes and 90 minutes after obtaining CaO content by titration method, the addition of nitric acid (HNO₃) with concentration variation 1,5 M, 1,75 M, 2,00 M, 2,25 M, and 2,5 M. After determining the levels of CaCO₃ by titration method, after passing through several stages of the process, the analysis of CaCO₃ content and calculation with the formula obtained that the level of calcium carbonate in the form of PCC with 99.7% purity with the concentration of HNO₃, 2.5 M and calcination 1000°C.

Keywords: Cuttlefish shells, calcine, CaO, CaCO₃, PCC

PENDAHULUAN

Pengolahan limbah padat yang berasal dari sotong saat ini belum dilakukan secara optimal. Selama ini limbah padat yang berupa cangkang hanya dimanfaatkan sebagai pakan burung dan kura-kura karena mengandung kalsium karbonat, sodium klorida, kalsium fosfat dan garam magnesium, dengan kandungan kalsium karbonat sekitar 85% (Bihan *et al.* 2006). Limbah padat yang berasal dari sotong juga bervariasi berkisar antara 65-85% dari berat sotong, tergantung dari jenisnya. Limbah padat cangkang sotong mengandung mineral yaitu kalsium dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO₃). Beberapa penelitian telah berhasil mendapatkan calcium carbonate berupa *precipitated calcium carbonate (PCC)* dengan penambahan berbagai macam zat aditif. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Arief (2009), menyatakan bahwa penambahan asam-asam anorganik pada proses slaking untuk pembuatan PCC dapat menambah rendemen PCC yang dihasilkan. Jadi jika CaO hasil kalsinasi dilarutkan dalam asam sehingga menghasilkan garam dengan kelarutan tinggi seperti CaCl₂ atau Ca(NO₃)₂ maka akan meningkatkan jumlah rendemen PCC yang dihasilkan. Larutan asam yang digunakan pada penelitian ini adalah asam nitrat dengan variasi konsentrasi yang digunakan. Menurut Thieman *et.al* (1991), asam nitrat merupakan senyawa yang mudah bereaksi dengan logam membentuk garam nitrat. Di samping itu menurut Brady dan Holum

(1992), oksida logam mudah bereaksi dengan larutan asam. Pada prinsipnya, penambahan larutan asam ke dalam kapur yang sudah dikalsinasi akan memperbesar kelarutan. Selanjutnya garam kalsium yang sudah terbentuk disaring dan filtratnya direaksikan dengan larutan natrium karbonat membentuk endapan kalsium karbonat.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan jumlah rendemen PCC yang relatif besar dari limbah padat cangkang sotong dengan cara mereaksikan CaO yang didapat dari cangkang sotong dengan asam nitrat (HNO₃). Permasalahannya berapakah besarnya konsentrasi larutan HNO₃ yang paling baik, berapa temperatur yang digunakan dalam proses kalsinasi CaO agar menghasilkan PCC dengan kadar kemurnian yang tinggi dan sifat fisik berupa warna yang mempunyai derajat keputihan yang tinggi. Metode yang paling populer digunakan di industri adalah metode karbonisasi karena metode ini dapat menghasilkan PCC secara cepat dan efisien. Metode kaustik soda dan metode karbonisasi pada prosesnya menggunakan kalsinasi, sumber panas untuk kalsinasi dihasilkan dari batubara, dimana pada saat proses pembakaran dari batubara tersebut menghasilkan CO₂ yang dapat menjadi polusi dalam jumlah yang banyak (Rahmadani, 2008).

Reaksi kimia yang terjadi adalah :

- Pembakaran batu kapur (kalsinasi)
$$\text{CaCO}_{3(s)} \rightarrow \text{CaO (s)} + \text{CO}_{2(g)}$$
- Pengontakan hasil pembakaran dengan larutan asam
$$\text{CaO (s)} + \text{HNO}_{3(l)} \longleftrightarrow \text{Ca(NO}_3)_2(l) + \text{H}_2\text{O (l)}$$
- Hasil kontak dengan larutan asam diendapkan dengan penambahan Na₂CO₃
$$\text{Ca(NO}_3)_2(l) + \text{Na}_2\text{CO}_{3(s)} \rightarrow \text{CaCO}_3(s) + \text{Na}_2(\text{NO}_3)_2(l)$$

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah peralatan-peralatan gelas untuk titrasi, furnace, alat penghalus, oven, ayakan dan timbangan. Bahan-bahan yang digunakan antara lain cangkang sotong, HNO₃, Na₂CO₃ dan akuades.

Tahap Penelitian

Penelitian ini melewati beberapa tahapan yaitu tahapan-tahapan yang dilakukan dalam mencapai tujuan penelitian ini meliputi persiapan bahan baku, proses preparasi sampel, penetapan kadar kalsium karbonat pada sampel dengan metode titrasi, proses kalsinasi pada suhu 800°C – 1000°C untuk mendapatkan kandungan CaO, Analisa CaO dengan metode titrasi, pembuatan *Precipitated Calcium Carbonat (PCC)* dengan variasi konsentrasi HNO₃ 1,5 M – 2,5 M, dan tahap analisa PCC dengan metode titrasi dan perhitungan dalam pengolahan datanya.

Preparasi Sampel

Mencuci cangkang sotong dalam keadaan utuh untuk dikeringkan dalam oven pada suhu 70°C selama 1-2 hari yang dilanjutkan dengan proses penghalusan cangkang sotong kering dengan blender. Selanjutnya melakukan pengayakan untuk mendapatkan ukuran pori 45 µm atau 350 mesh. Preparasi sampel serbuk cangkang sotong telah selesai dilakukan untuk dilanjutkan ke proses penelitian.

Penetapan Kadar Kalsium Karbonat (CaCO₃) pada Sampel

Melakukan proses titrasi terhadap larutan induk (sampel yang telah dikondisikan) dengan larutan EDTA 0,0106 N sampai warnanya berubah dari warna merah muda sampai menjadi ungu dengan indikator murexid. Selanjutnya menghitung kandungan CaCO₃ dalam sampel dengan rumus :

$$\% CaCO_3 = \frac{(mL EDTA \times N EDTA \times 100,09 \times fp)}{(mg sampel)} \times 100\%$$

Proses Kalsinasi

Kalsinasi dilakukan dengan alat furnace. Proses kalsinasi dalam hal ini adalah proses penghilangan H₂O, CO₂ atau gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan biji/serbuk sehingga akan didapat produk yang bernama kalsin (CaO). Kalsinasi adalah *thermal treatment* yang dilakukan terhadap serbuk cangkang sotong agar terjadi dekomposisi dan juga untuk meng-eliminasi senyawa yang berikatan secara kimia dengan cangkang sotong yaitu karbon dioksida dan air. Proses yang dilakukan adalah pemanggangan dengan temperatur yang bervariasi bergantung dari jenis senyawa karbonat. Untuk kalsium karbonat diperlukan suhu 800 °C-1000 °C dalam proses dekomposisi karena adanya ikatan kimia yang cukup kuat pada air kristal. Sehingga dilakukan variasi proses kalsinasi pada suhu 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C dan 1000 °C dengan waktu 30 dan 90 menit.

Proses Analisa Kadar CaO

Melakukan proses titrasi terhadap larutan induk (sampel yang telah dikondisikan) dengan larutan EDTA 0,0106 N sampai warnanya berubah dari warna merah muda sampai menjadi ungu dengan indikator *murexid*. Selanjutnya menghitung kandungan CaO dalam sampel dengan rumus :

$$\% CaO = \frac{(mL EDTA \times N EDTA \times 56,07 \times fp)}{(mg sampel)} \times 100\%$$

Proses Pembuatan PCC (Precipitated Calcium Carbonate)

Setelah dilakukan proses kalsinasi, selanjutnya adalah mengaplikasikan sampel tersebut dalam pembuatan PCC dengan melakukan penambahan larutan HNO₃ dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu 1,50 M; 1,75 M; 2,00 M; 2,25 M; dan 2,50 M. Setelah itu, filtratnya ditambahkan dengan larutan Na₂CO₃ 1,5 M dan diperoleh endapan PCC.

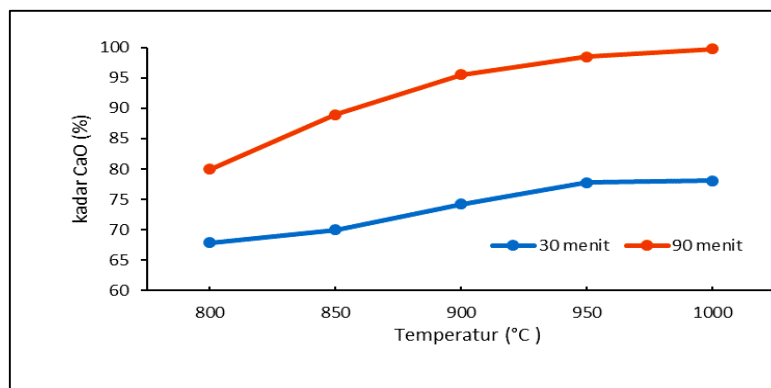
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Penentuan Kadar Kalsium dalam Bentuk CaCO_3 pada Cangkang Sotong

Setelah dilakukan penentuan kadar CaCO_3 pada sampel cangkang sotong dengan metode titrasi, dapat diketahui bahwa dalam cangkang sotong terkandung 84,68% CaCO_3 . Menurut A. J. Tony Hendry, kandungan kalsium dalam bentuk CaCO_3 yang terdapat pada cangkang sotong sebesar 85%. Terbukti bahwa hasil analisa terhadap CaCO_3 dalam penelitian ini sejalan dengan penelitian tersebut. Dengan kadar kalsium yang cukup tinggi pada cangkang sotong, maka bahan ini dapat digunakan sebagai bahan baku yang sangat potensial dalam pembuatan PCC sebagai alternatif pemanfaatan limbah padat cangkang sotong yang selama ini pengolahannya belum dilakukan secara optimal agar dapat bernilai ekonomis.

Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kadar CaO

Kadar CaO menunjukkan besarnya persentase kandungan CaO dalam waktu dan temperatur tertentu. Temperatur dan waktu kalsinasi mempunyai pengaruh yang besar terhadap kualitas kadar CaO yang dihasilkan (Hassibi, 1993). Kalsinasi pada bagian terluar partikel cangkang sotong dapat terjadi pada suhu yang lebih rendah, tetapi kalsinasi secara sempurna terjadi pada suhu yang lebih tinggi ($>900\text{ }^\circ\text{C}$). Semakin tinggi temperatur dan lamanya waktu proses yang digunakan maka persentase kadar CaO yang dihasilkan semakin besar. Hal ini sebanding dengan hasil penelitian yang telah dilakukan.



Gambar. 1. Grafik Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi terhadap Kadar CaO

Pada penelitian ini dilakukan 5 titik variasi terhadap temperatur kalsinasi yaitu $800\text{ }^\circ\text{C}$, $850\text{ }^\circ\text{C}$, $900\text{ }^\circ\text{C}$, $950\text{ }^\circ\text{C}$ dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ dengan 2 variasi waktu kalsinasi yaitu 30 menit dan 90 menit. Dari masing-masing variasi temperatur dan waktu kalsinasi tersebut didapatkan CaO dengan kadar yang berbeda-beda. Dari penelitian yang telah dilakukan didapat grafik hubungan antara temperatur dan waktu kalsinasi terhadap kadar CaO pada Gambar 1. Dari grafik yang diperoleh, dapat dilihat bahwa semakin tinggi temperatur dan lamanya waktu proses kalsinasi, maka kadar CaO yang diperoleh semakin tinggi. Pada Gambar 1 dapat dilihat kadar CaO tertinggi diperoleh pada proses kalsinasi dengan temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 90 menit dan kadar CaO terendah terjadi pada temperatur $800\text{ }^\circ\text{C}$ selama 30 menit. Kondisi ini disebabkan oleh karena proses kalsinasi berjalan dengan sempurna sehingga tidak menyisakan CO_2 pada CaO yang dihasilkan dari proses kalsinasi sehingga memperoleh CaO dengan kadar yang tinggi.

Pada suhu 900 °C, CO₂ dapat dibebaskan tetapi untuk masuknya panas pada bagian inti atau bagian terdalam dari partikel serbuk cangkang sotong diperlukan suhu yang lebih tinggi.

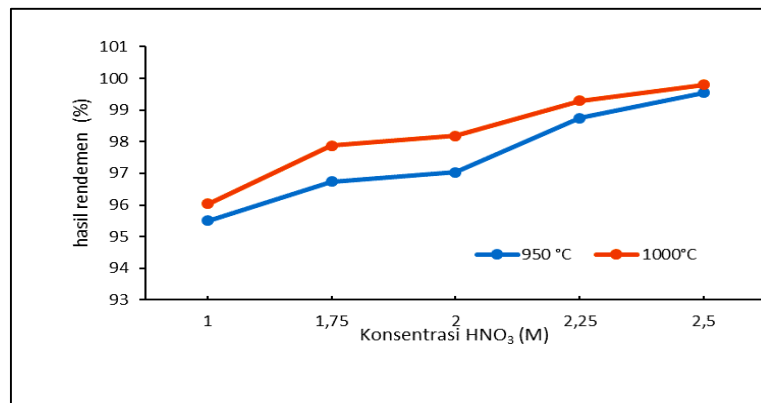
Dapat diamati dari grafik bahwa pada temperature kalsinasi 800°C dan 850°C dengan waktu kalsinasi selama 30 menit terjadi proses kalsinasi yang tidak sempurna. Pada kondisi ini, dapat diamati secara fisik bahwa CaO yang dihasilkan berwarna abu kehitaman. Hal ini disebabkan oleh proses kalsinasi yang tidak sempurna dimana masih terdapatnya kandungan CO₂ pada CaO sehingga kadar CaO yang dihasilkan rendah yaitu pada temperatur 800°C sebesar 67,86 % dan pada temperatur 850 °C sebesar 69,98 %. Pada proses kalsinasi suhu 800 °C dengan waktu 90 menit CaO yang dihasilkan dari berwarna abu-abu dengan kadar CaO sebesar 79,98 %. Namun pada suhu 1000 °C dengan waktu kalsinasi 90 menit diperoleh kadar CaO yang tertinggi yaitu sebesar 99,75. Dengan kadar CaO yang demikian tinggi dapat diamati secara fisik bahwa CaO yang dihasilkan memiliki tingkat keputihan yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa pada kondisi suhu 1000°C dengan waktu kalsinasi 90 menit terjadi proses kalsinasi yang sempurna yang berarti bahwa hampir semua CO₂ pada CaO dapat dibebaskan.

Pengaruh Konsentrasi HNO₃ terhadap Hasil Rendemen Produk PCC (*Precipitated Calcium Carbonate*)

Rendemen merupakan perbandingan massa awal dengan massa akhir yang dihasilkan. Rendemen produk PCC yang dihasilkan dari proses kalsinasi dipengaruhi kadar CaO yang didapat. Dari penelitian dan hasil perhitungan didapatkan kondisi bahwa kadar CaO yang tertinggi didapat dari hasil proses kalsinasi pada suhu 950°C dan 1000°C selama 90 menit yaitu 98,47% dan 99,75%. Dalam penelitian ini, CaO pada variabel ini yang akan dilarutkan dengan HNO₃ karena berdasarkan variasi temperatur dan waktu kalsinasi, pada kondisi tersebut kadar CaO yang didapat paling tinggi, sehingga akan didapat rendemen PCC yang tinggi. Hal ini sesuai dengan penelitian Arief (2009), kadar CaO akan mempengaruhi hasil rendemen PCC yang dihasilkan. Semakin tinggi kadar CaO maka semakin banyak rendemen PCC yang dihasilkan.

Asam nitrat (HNO₃) merupakan salah satu dari jenis asam-asam anorganik. Dalam penelitian ini HNO₃ berfungsi sebagai *solvent* (pelarut) CaO dalam proses pembuatan PCC. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Arief (2009), menyatakan bahwa penambahan asam-asam anorganik pada proses pembentukan PCC dapat menambah jumlah hasil rendemen PCC yang dihasilkan. Asam nitrat digunakan dalam proses pelarutan CaO dikarenakan larutan ini dapat memperbesar kelarutan CaO dibandingkan bila dilarutkan dalam air. Menurut Oates (1998), pada proses hidrasi yang menggunakan air murni saja akan menghasilkan larutan Ca(OH)₂ relatif kecil ($K_{sp} = 7,9 \times 10^{-6}$) sehingga PCC yang dihasilkan juga sedikit, sehingga pada penelitian ini digunakan pelarut asam yaitu HNO₃.

CaO dengan berat 12.5 gram dilarutkan dengan pelarut asam nitrat dengan variasi konsentrasi 1,50; 1,75; 2,00; 2,25; 2,5 M. Dalam hal ini akan ditinjau bagaimana pengaruh konsentrasi pelarut asam nitrat yang semakin besar terhadap hasil rendemen PCC yang dihasilkan. Pengaruh konsentrasi asam nitrat terhadap rendemen PCC yang dihasilkan dapat dilihat secara grafis pada Gambar 2.

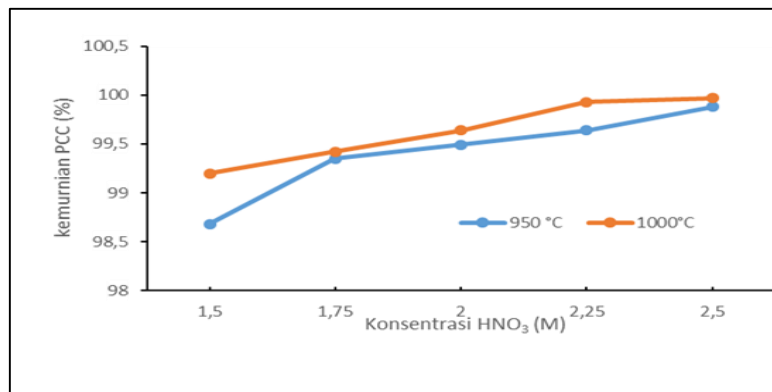


Gambar. 2 Grafik Pengaruh Konsentrasi HNO₃ Terhadap Hasil Rendemen PCC

Hubungan secara grafis pada Gambar 2 menunjukkan bahwa pada konsentrasi asam nitrat (HNO₃) sebesar 2,5 M dengan hasil kalsinasi (CaO) pada temperatur 1000 °C menghasilkan PCC dengan jumlah rendemen tertinggi yaitu 99,80 %, sedangkan jumlah rendemen terendah dihasilkan pada konsentrasi HNO₃ sebesar 1,50 M dengan hasil kalsinasi (CaO) pada temperatur 950 °C yaitu sebesar 95,50 %. Hal ini disebabkan karena pada hasil kalsinasi (CaO) pada temperatur 1000 °C memiliki kadar CaO yang tinggi dibandingkan pada temperatur 950 °C, sehingga dihasilkan rendemen PCC yang tinggi. Selain itu, konsentrasi HNO₃ terhadap pelarutan CaO akan mempengaruhi rendemen PCC yang dihasilkan. Gejala ini mulai dapat diamati pada saat reaksi antara HNO₃ dengan CaO. Pada konsentrasi HNO₃ 1,50 M, campuran berupa suspensi yang ketika disaring, menyisakan sedikit residu berupa serbuk yang berwarna lebih abu-abu dibanding dengan CaO awal. Pada konsentrasi HNO₃ mulai dari 1,5; 1,75; 2,00; 2,25; dan 2,5 M, campuran tampak seperti larutan berwarna kuning kecoklatan, dan ketika disaring tidak menyisakan residu, artinya semua CaO larut dalam HNO₃. Hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya kenaikan konsentrasi HNO₃ maka proses pelarutan berjalan dengan sempurna.

Pengaruh Konsentrasi HNO₃ terhadap Kemurnian Produk PCC (*Precipitated Calcium Carbonate*)

Salah satu faktor yang menentukan kualitas dari PCC adalah tingkat kemurniannya. Semakin tinggi kemurnian, maka mutu dari PCC semakin baik. Kemurnian PCC merupakan faktor yang penting terhadap layak tidaknya produk PCC ini digunakan. Menurut ISO terhadap syarat mutu PCC yaitu kemurnian PCC harus mencapai 96 – 99,99%. Dari data yang didapatkan dapat dilihat hubungan antara konsentrasi HNO₃ terhadap kemurnian PCC yang dihasilkan. Grafik hubungan antara konsentrasi HNO₃ terhadap kemurnian PCC yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar. 3 Grafik Pengaruh Konsentrasi HNO₃ terhadap Kemurnian PCC

Gambar 3 menunjukkan bahwa produk PCC yang dihasilkan telah sesuai dengan standar tingkat kemurnian yang telah ditetapkan. Namun, kemurnian PCC yang tertinggi dihasilkan pada kalsinasi (CaO) pada temperatur 1000 °C dengan konsentrasi HNO₃ 2,5 M dengan kemurnian PCC sebesar 99,97%, sedangkan kemurnian PCC terendah dihasilkan dari proses kalsinasi (CaO) pada temperatur 950°C dengan konsentrasi HNO₃ 1,00 M yaitu sebesar 98,68 %. Hal ini disebabkan karena aktivitas HNO₃ dapat mempengaruhi kemurnian PCC yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi asam nitrat maka semakin besar kemampuannya untuk melarutkan senyawa-senyawa pengotor yang ada pada sampel, sehingga dapat menghasilkan PCC yang lebih murni dan derajat warna putih yang tinggi..

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka didapat kesimpulan bahwa penambahan larutan HNO₃ pada konsentrasi 2,5 M berpengaruh pada kelarutan CaO yang tinggi pada larutan asam sehingga menghasilkan PCC dengan jumlah rendemen yang tinggi sebesar 99,80 % dan kemurnian 99,97 % pada kondisi suhu kalsinasi terbaik 1000 °C, sehingga dapat dikatakan bahwa cangkang sotong dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan PCC.

DAFTAR PUSTAKA

- (AOAC) Association of official Analytical and Chemist. 1995. *Official Methods of Analysis the Association of official Analytical and Chemist*. 10th ed. Virginia: Arlington
- Apriliani, Nurul F. Maliq A Baqiya, dan Darminto. 2012. *Pengaruh Penambahan Larutan HCL pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat Berbahan Dasar Batu Kapur dengan Metode Karbonasi*. Jurnal Sains dan Seni ITS. Vol. 1 (1) : 2301- 928
- Arief, Syukri dan Jamarun, Novesar. 2009. *Studi Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dari Batu Kapur Alam Sumatera Barat*. Penelitian Hibah strategis Nasional Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas: Padang.
- BihanEl, Zatylny C, Perrin A & Koueta N. 2006. *Past Mortem Change in Viscera of Cuttlefish *sepia officinalis* L. During Storage at Two Diferent Temperatures*. Journal Food Chemistry 98(1): 39.51

- Brady, J.E and John, R.H. 1992. *Chemistry The Study of Matter and Its Changes*. John Wiley & Sons: New York
- Hassibi, M. 1993. *Factors Affecting Quality of CaCO₃ RD Internasional Syrbalyt Symposium*. New Orleans : USA.
- Jamarun, N . Rahmadani, dan Arif, S. 2005. *Pengaruh Temperatur Karbonasi Pada Pembentukan PCC*. Jurusan Teknik Kimia Andalas. 11 : (1)
- Nurlaena. 2008. *Pengaruh CaO dan Penggunaan Asam Anorganik dalam Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dengan Metode Karbonisasi*. Tesis. Padang : Program Pascasarjana Universitas Andalas
- Pusat Pengembangan Teknologi Mineral Direktorat Jenderal Pertambangan Umum Departemen Pertambangan dan Energi. 1990. *Standar Metoda Pengujian dan Analisis Kimia Sampel Bahan Galian*. Palembang : Dinas Pertambangan dan Energi Sumatera Selatan.
- Rahmadani Dwi Putri. 2008. *Pengaruh Pembahan Surfaktan Pada Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Melalui Modifikasi Metode Solvay*. Skripsi. Padang: Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas
- Thieman. M.. 1991. Nitric Acid .*Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry (ed, Barbara Elvers, et Al)*. Vol. A. 17. Germany