

“Siminar Tugas Akhir S1 Teknik Kimia UNDIP 2009”

PEMURNIAN NaCl DENGAN MENGGUNAKAN NATRIUM KARBONAT

Dina Lesdantina dan Istikomah

Jurusan Teknik Kimia, Fak. Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058

Abstrak

Proses pemurnian larutan garam dari impuritasnya terutama ion kalsium perlu dilakukan sebelum diumpangkan ke electrolyzer. Sekarang ini penghilangan impuritas dari produk garam sering dilakukan dengan menggunakan resin penukar ion. Tujuan penelitian ini adalah penggunaan natrium karbonat sebagai cara alternatif penghilangan ion kalsium, mengkaji pengaruh penambahan natrium karbonat dan flokulan (PAC). Proses pelarutan garam dilakukan pada suhu 70° C. Penambahan natrium karbonat dilakukan dengan variabel volume, yaitu 0,6;1,2;1,8;2,4;3 dan 3,6 (ml). PAC digunakan sebagai flokulan dengan variabel konsentrasi 10 dan 40 ppm. Setelah penambahan natrium karbonat dan PAC, larutan diaduk, didiamkan selama 30 menit dan disaring. Penambahan natrium hidroksida dilakukan hingga dicapai pH larutan 10. Larutan diendapkan kembali selama 6 jam. Kemudian larutan disaring dan kadar ion kalsium dianalisa dengan metode titrasi. Pembelajaran menunjukkan bahwa penambahan natrium karbonat memberikan pengaruh yang signifikan dalam penghilangan ion kalsium. Namun tidak demikian dengan penambahan PAC. Dari penelitian dapat disimpulkan bahwa proses penghilangan ion kalsium yang memberikan hasil yang paling baik agar sesuai dengan baku mutu yang diizinkan dilakukan dengan penambahan natrium karbonat 3 ml. Penambahan PAC 10 maupun 40 ppm tidak memberikan pengaruh yang berarti dalam penghilangan ion kalsium.

Kata kunci : ion kalsium; larutan garam; natrium hidroksida; natrium karbonat; PAC

Pendahuluan

Natrium Chlorida merupakan salah satu bahan yang banyak digunakan oleh masyarakat dalam pengolahan makanan dan bahan baku dalam berbagai industri kimia. Industri kimia yang paling banyak menggunakan Natrium Chlorida sebagai bahan bakunya adalah industri Chlor Alkali. Produk utama dari industri ini adalah chlorine (Cl_2) dan Natrium Hidroksida ($NaOH$), yang banyak dibutuhkan oleh industri lain, seperti industri pulp dan kertas, tekstil, deterjen, sabun dan pengolahan air limbah [1-2].

Teknologi terbaru yang digunakan dalam industri Chlor Alkali adalah elektrolisa larutan garam (*brine*). Teknologi ini digunakan karena harga bahan baku lebih murah, kemurnian produk lebih tinggi, tekanan dan temperatur operasinya rendah [2]. Proses elektrolisa larutan garam umumnya menggunakan sel membran karena dibandingkan dengan sel diafragma dan sel merkuri, sel membran dapat menghasilkan produk elektrolisa dengan kemurnian lebih tinggi. Tetapi kelemahan dari sel membran itu sendiri adalah larutan garam yang diumpangkan ke *electroyzer* harus mempunyai kemurnian yang tinggi. Sampai saat ini pemisahan garam dari impuritasnya masih menjadi permasalahan yang cukup serius dalam industri Chlor Alkali, terutama karena harus sering dilakukan penggantian sel membran dalam *electrolyzer* untuk dapat mengantisipasi kegagalan proses. Ada tiga macam pengaruh endapan terhadap membran, yaitu turunnya produksi akibat turunnya efisiensi membran, naiknya power listrik akibat naiknya tahanan membran dan turunnya umur membran.

Oleh karena itu diperlukan proses pemurnian larutan garam dari impuritasnya sebelum diumpangkan ke *electrolyzer* [1-2]. Proses pemurnian ini bertujuan untuk memaksimalkan efisiensi dari cells electrolytic yang dilakukan dengan cara menghilangkan impuritas seperti ion calcium, dan magnesium yang terdapat dalam larutan garam. Impuritas-impuritas tersebut dapat bereaksi dengan ion karbonat (CO_3^{2-}) sehingga akan membentuk endapan putih yaitu $CaCO_3$. Endapan-endapan yang terbentuk akan menutupi permukaan membran sehingga akan menghambat penyeberangan ion Na^+ dari anoda ke katoda. Baku mutu larutan garam sebagai umpan *electrolyzer* adalah $NaCl$ 300 ± 20 gram/ liter, Ca^{2+} 10 ppm.

Untuk penghilangan impuritas dari produk garam dapat dilakukan dengan berbagai cara antara lain dengan resin penukar ion. Akan tetapi proses ini memerlukan biaya yang besar untuk biaya pembelian dan regenerasi resin [3]. Oleh karena itu digunakan senyawa kimia yaitu Na_2CO_3 yang harganya lebih murah. Dengan penambahan Na_2CO_3 dalam larutan garam akan terbentuk endapan $CaCO_3$ yang nantinya akan dipisahkan dalam

larutan sehingga ion Ca^{2+} yang masih tersisa dalam larutan akan memenuhi baku mutu sebagai umpam *electrolyzer* [4].

Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Endapan terbentuk jika larutan menjadi terlalu jenuh dengan zat yang bersangkutan. Kelarutan (S) suatu endapan menurut definisi adalah sama dengan konsentrasi molar dari larutan jenuhnya. Kelarutan bergantung pada berbagai kondisi seperti suhu, tekanan, konsentrasi bahan-bahan lain dalam larutan itu, dan pada komposisi pelarutnya [5].

Bahrudin et al. mempelajari penentuan rasio Ca/Mg optimum pada proses pemurnian garam dapur dengan penambahan natrium karbonat, natrium hidroksida, dan flokulan pada temperature 70°C . Dari penelitian tersebut ditemukan bahwa pemurnian garam dipengaruhi oleh rasio Ca/Mg, bila rasionya terlalu kecil ataupun terlalu besar mengakibatkan pengendapan impuritas tidak dapat berlangsung dengan baik. Selain itu ditemukan pula bahwa penambahan flokulan cukup mempengaruhi penurunan kadar Ca^{2+} . Partikel-partikel yang berflokulasi, yakni saling mendekati dan membentuk gumpalan bahan yang lebih besar yang akan mengendap dalam larutan. [6-7].

Natrium karbonat perlu ditambahkan dalam jumlah excess agar dapat bereaksi dengan impuritas kalsium yang terlarut membentuk endapan kalsium karbonat. Gancy et.al telah melakukan penelitian untuk memurnikan larutan garam dengan menambahkan natrium karbonat excess, dimana waktu reaksi natrium karbonat divariasi. Sampel yang berupa larutan garam yang mengandung 25 % berat sodium klorida, 228 ppm kalsium (dihitung sebagai kalsium elemental) dikontakkan dengan sejumlah natrium karbonat dan diaduk 300 rpm. Pada akhir waktu reaksi karbonat, sejumlah natrium hidroksida ditambahkan dan diaduk (kira-kira 60 rpm) selama satu menit. Dibiarkan bereaksi selama 6 jam dan setelah itu disaring dengan kertas saring Whatman No.42. Filtrat yang diperoleh dianalisa untuk mengetahui kadar kalsium yang tersisa dalam larutan. Proses analisa ini dilakukan dengan metode titrasi dengan menggunakan EDTA 0,01 M sebagai titran [8]. End point akan tercapai jika sampel yang mulanya berwarna merah anggur berubah menjadi biru cerah [8-9]. Dari penelitian tersebut menunjukkan bahwa waktu reaksi natrium karbonat yang paling efektif adalah 45 menit.

Namun penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh penambahan koagulan dan waktu reaksi NaOH untuk membentuk endapan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ belum pernah dilakukan. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian lebih mendalam agar dapat diketahui variabel apa saja yang berpengaruh dalam penghilangan impuritas dalam produk garam, sehingga dapat dihasilkan produk garam yang lebih murni.

Bahan dan Metode Penelitian

Bahan

NaCl, Aquadest, Na_2CO_3 , Poly Aluminium Chloride (PAC), NaOH 0,1 N

Reagen

EDTA, Hydroxylamine, KCN, KOH, HHSSNA

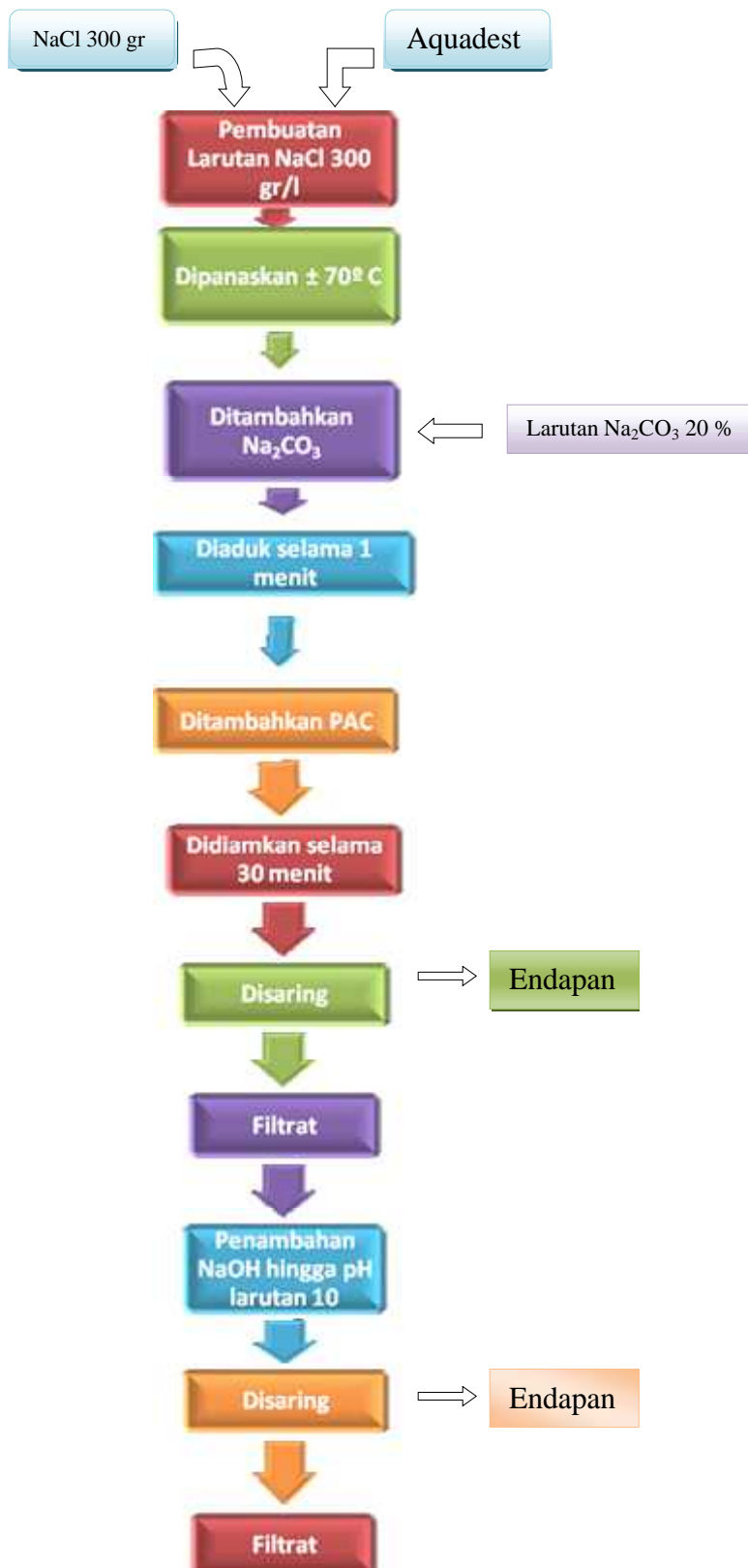
Alat

beaker glass, electric heat, pengaduk, timbangan digital, erlenmeyer, labu takar, corong, buret

Prosedur Kerja

Penelitian ini diawali dengan pembuatan larutan garam, yaitu melarutkan 300 gr NaCl dalam aquadest hingga diperoleh larutan dengan volume 1 liter . Proses pelarutan dilakukan pada suhu 70°C . Setelah itu kedalam larutan ditambahkan Na_2CO_3 dengan variabel yang telah ditentukan, yaitu 0,6;1,2;1,8;2,4;3;3,6 ml. Penambahan Na_2CO_3 dilakukan pada suhu 60° - 70°C , kemudian larutan diaduk selama 1 menit dan ditambahkan PAC dengan variabel 10 dan 40 ppm.. Didiamkan selama 30 menit lalu disaring dengan menggunakan kertas saring MN 640. Kemudian ditambahkan NaOH hingga pH larutan 10 dan didiamkan selama 6 jam. Setelah itu saring kembali larutan dengan kertas saring MN 640.

Langkah – langkah kerja tersebut dapat disajikan dalam blok diagram sebagai berikut :



Analisa

Analisa ion Ca^{2+} dilakukan dengan metode titrasi, yaitu dengan cara memasukkan 50 ml sampel larutan garam ke dalam erlenmeyer, tambahkan 0,5 ml Hydroxylamine, 0,5 ml KCN, 1 ml KOH dan indikator HHSSNA secukupnya. Titrasi campuran tersebut dengan menggunakan larutan EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah anggur menjadi biru terang yang tidak hilang pada penggocokan dan warna tetap stabil selama 5 menit. Kadar Ca^{2+} dalam sampel dapat dinyatakan sebagai Ca^{2+} atau CaCO_3 .

Jika dinyatakan sebagai Ca^{2+} [10], maka dapat digunakan persamaan berikut :

$$\text{Kadar } \text{Ca}^{2+} \text{ (ppm)} = \frac{A \times B \times 40,08 \times 1000 \text{ (ml / L)}}{V} \quad (1)$$

Dimana :

- A = volume titran (ml)
- B = Molaritas EDTA
- V = Volume sampel (ml)

Adapun jika dinyatakan sebagai CaCO_3 [10], maka dapat digunakan persamaan berikut :

$$\text{Kadar } \text{CaCO}_3 \text{ (ppm)} = \frac{A \times B \times 100,09 \times 1000 \text{ (ml / L)}}{V} \quad (2)$$

Dimana :

- A = volume titran (ml)
- B = Molaritas EDTA
- V = Volume sampel (ml)

Hasil dan Pembahasan

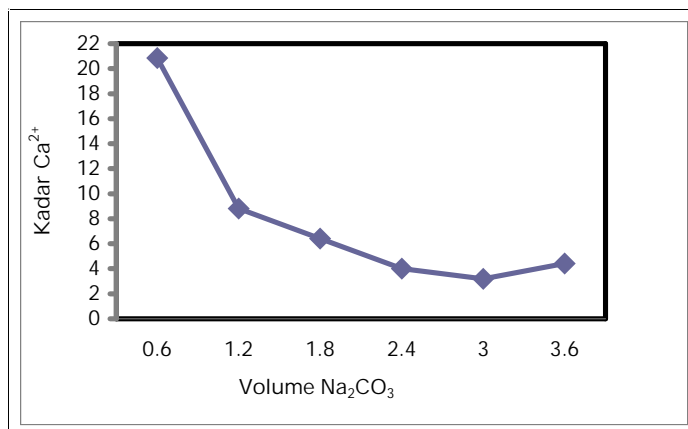
Penambahan Na_2CO_3

Tabel 1. Kondisi sampel mula-mula

Komponen	Satuan	Kuantitas
NaCl	gr/liter	300
Na_2CO_3	gr/liter	200
Ca^{2+}	ppm	153,1056

Tabel 2. Pengaruh Penambahan Na_2CO_3 Terhadap Kadar Ion Ca^{2+}

Volume Na_2CO_3 (ml) tiap 250 ml larutan NaCl	Tanpa Flokulan (PAC)	Dengan Flokulan	
		10 ppm	40 ppm
0,6	20,8416	13,6272	16,032
1,2	8,8176	5,6112	7,2144
1,8	6,4128	2,4048	4,8096
2,4	4,008	1,6032	3,2064
3	3,2064	1,2024	2,8056
3,6	4,4088	2,4048	3,2064



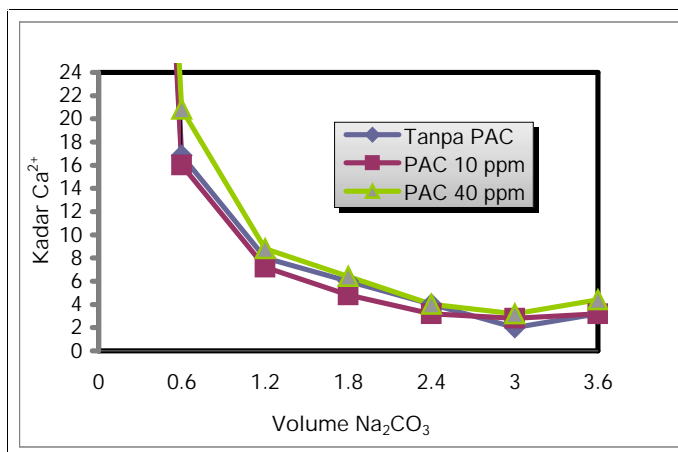
Gambar 1. Grafik Hubungan Volume Na₂CO₃ vs Kadar Ca²⁺ Tanpa Flokulan

Sampel tanpa penambahan natrium karbonat terdapat kandungan Ca²⁺ sebesar 153,1056 ppm. Pada gambar 1, dengan penambahan Na₂CO₃ 0,6 ml mampu menurunkan kadar Ca²⁺ dalam larutan secara signifikan hingga diperoleh kadar Ca²⁺ sebesar 20,8416 ppm. Hal ini disebabkan hasil kali konsentrasi ion-ion yang membentuk endapan sudah melebihi hasil kali ion ketika kesetimbangan tercapai ($K_{sp} \text{CaCO}_3 = 4,8 \times 10^{-9}$) [5], sehingga endapan CaCO₃ sudah banyak yang terbentuk [5]. Akan tetapi kadar tersebut belum memenuhi baku mutu umpan electrolyzer yang diizinkan Penurunan kadar Ca²⁺ terus terjadi hingga pada penambahan Na₂CO₃ sebanyak 3 ml diperoleh kadar Ca²⁺ sebesar 3,2064 ppm. Ketika Na₂CO₃ ditambahkan dalam larutan garam yang mengandung impuritas ion Ca²⁺ maka ion CO₃²⁻ dari Na₂CO₃ akan berikatan dengan ion Ca²⁺ membentuk endapan CaCO₃ sehingga ion Ca²⁺ yang terdapat dalam larutan garam kadarnya lebih kecil.

Persamaan stokiometri CaCO₃ dapat dinyatakan sebagai berikut :

<i>Penambahan 0,6 ml Na₂CO₃ dalam 250 ml larutan NaCl tanpa PAC</i>						
Kondisi	Satuan	Ca ²⁺	+	CO ₃ ²⁻	-	CaCO ₃
Mula-mula	mol	0,000956		0,001132		-
Reaksi	mol	0,000826		0,000826		0,000826
Setimbang	mol	0,000130		0,000306		0,000826
K_{sp} CaCO₃ = 4,8x10⁻⁹						
K_s = 6,8x10⁻⁷						

Penambahan Koagulan (PAC)



Gambar 2 Grafik Hubungan Penambahan PAC Terhadap Kadar Ion Ca²⁺

Pada [gambar 2](#) dapat dilihat bahwa dengan penambahan flokulan (PAC) 10 dan 40 ppm kadar ion Ca^{2+} dalam larutan garam tidak mengalami penurunan yang cukup signifikan. Flokulan (PAC) yang ditambahkan dalam larutan garam berfungsi menyatukan partikel sehingga diperoleh partikel dengan ukuran yang lebih besar. Akan tetapi ikatan antar partikel yang terjadi akibat penambahan flokulan tidak cukup kuat, sehingga ketika penyaringan dimungkinkan flok yang terbentuk akan pecah dan partikel akan lolos saat proses penyaringan.

Pada penambahan flokulan 40 ppm ternyata kadar ion Ca^{2+} yang dapat dihilangkan dari larutan garam lebih sedikit daripada penambahan flokulan 10 ppm. Hal ini disebabkan penggunaan flokulan yang terlalu excess dapat menghambat atau menghalangi terbentuknya ikatan antara ion Ca^{2+} dan CO_3^{2-} .

Kesimpulan

Pengaruh penambahan natrium karbonat dan PAC dalam larutan garam telah diinvestigasi. Proses pemurnian ini dilakukan dengan proses pengendapan impuritas yang terkandung dalam larutan garam. Sedangkan analisisnya dilakukan dengan metode titrasi. Hasil menunjukkan bahwa dengan penambahan natrium karbonat 3 ml dapat diperoleh kadar ion Ca^{2+} paling rendah. Penambahan PAC tidak memberikan pengaruh yang cukup berarti dalam penghilangan ion kalsium dalam larutan garam. Dalam proses analisa sebaiknya digunakan buret dengan ketelitian tinggi agar penentuan TAT lebih akurat sehingga diperoleh kadar ion kalsium yang tersisa dalam larutan garam sesuai dengan kadar yang sebenarnya.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kami sampaikan kepada Dr. I Nyoman Widiassa, ST, MT, Ir. Diah Susetyo Retnowati, MT. atas kerjasama, diskusi dan bimbingannya selama pelaksanaan penelitian ini, Bpk. Murdiono, Bpk. Untung dan semua pihak yang membantu terselesaikannya penelitian ini.

Daftar Pustaka

- [1] A.B. Gancy, C.J. Kaminski, both of Syracuse, N.Y., (1978), " Brine Purification Process", U.S. Patent No.4,115,219
- [2] Bahruddin Zulfansyah, Aman, Iiyas Arin, Nurfatihayati, (2003), "Penentuan Rasio Ca/Mg Optimum pada Proses Pemurnian Garam Dapur", Jurusan Teknik Kimia, FT, Universitas Riau, Pekanbaru.
- [3] Y. Oda., M. Suhara., S. Goto, T. Hukushima, all of Yokohama, K. Miura Chohfu ,T. Hamano Yokohama all of Japan, (1980), " Electrolysis of Aqueous Solution of Sodium Chloride", U. S. Patent No 4,202,743
- [4] D. B. Loftis.,D.D. Justice, both of Clevelan, Tenn, (1991), "Process To Control The Addition Of Carbonate To Electrolytic Cell Brine Systems",U.S. Patent No. 5,023,803
- [5] Svehla,G., (1979), " Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis" , Longman Group Limited, London
- [6] R.A.Day Jr., A.L. Underwood,(1986), "Quantitative Analysis", Fifth Edition, Emory University
- [7] Sanoesi, S.,(1994), "Study Sistem Flokulasi Filtrasi Dalam Pengolahan Air", Program Pascasarjana, Program Study Teknik Lingkungan ITB Bandung
- [8] Moritz ,George J., (1984), "Production of Purified Brine", U.S. Patent No. 4,448,682
- [9] G.D. Cristian.,(1994). " Analytical Chenistry", fifth edition, United State of America
- [10] Greenberg,A.Lenore,S.Andrew D. ,(1992), "Standart Methods for Examination Water and Waste Water,18 edition, Washington : APHA.