

KARAKTERISTIK PERUBAHAN FASA PADA PROSES KALSINASI DOLOMIT DENGAN METODE KALKULASI MATCH!3

Eko Sulistiyono^{1*} dan Latifa Hanum Lalasari²

^{1,2} Pusat Riset Metalurgi-Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN)
Kawasan Sentral Teknologi BJ-Habibi, Puspiptek Serpong, Setu – Tangerang Selatan
Kode pos 15314

*Corresponding Author: eko2210968@gmail.com

Abstrak

Proses kalsinasi mineral dolomit berperan penting dalam pembuatan bahan industri yang bernilai tinggi. Hal ini karena dolomit alam sulit untuk dirubah menjadi produk lain dengan proses pelarutan kimia karena memerlukan waktu yang cukup lama. Melalui pengaturan proses kalsinasi maka dapat diperoleh proses pemisahan magnesium dan kalsium dari dolomit. Dengan terpisahkannya magnesium dan kalsium dari dolomit mampu diperoleh peningkatan nilai tambah yang tinggi. Pada paper ini akan dipaparkan hasil dari pengamatan perubahan fasa dolomit pada proses kalsinasi dengan metode Match!3. Proses kalsinasi dolomit yang dipilih untuk dilakukan analisis kalkulasi match!3 adalah temperatur 675°C selama 4 jam, temperatur 725°C selama 4 dan 6 jam dan temperature 900°C selama 4 jam. Hasil kalkulasi Match!3 menunjukkan titik krusial proses kalsinasi pada temperatur 725°C selama 4, yaitu mulai terbentuk fasa CaO dengan kadar 0,1 %. Sehingga untuk mendapatkan proses pemisahan magnesium dan kalsium pada dolomit, kisaran proses kalsinasi dilakukan pada temperatur 725°C dan waktu 4 jam. Oleh karena itu pada percobaan berikutnya perlu dilakukan analisis kinetika reaksi kalsinasi dolomit, melalui analisis perubahan fasa hasil kalsinasi dengan perhitungan match!3.

Kata kunci: Dolomite, fasa, Kalsinasi, Match!3

Abstract

The dolomite mineral calcination process plays an important role in the manufacture of high-value industrial materials. This is because natural dolomite is difficult to convert into other products by chemical dissolution process. After all, it takes a long time. By setting the calcination process, the process of separating magnesium and calcium from dolomite can be obtained. A high added value can be obtained with the separation of magnesium and calcium from dolomite. In this paper, the results of the observation of dolomite phase changes in the calcination process using the Match!3 methods will be presented. The dolomite calcination process was selected for analysis of the match!3 calculations are a temperature of 675°C for 4 hours, a temperature of 725°C for 4 and 6 hours, and a temperature of 900°C for 4 hours. The results of the Match!3 calculation show the crucial point of the calcination process at a temperature of 725°C for 4, which begins to form a CaO phase with a concentration of 0.1%. So to obtain the separation process of magnesium and calcium in dolomite, the calcination process is carried out at a temperature of 725°C and a time of 4 hours. Therefore, in the next experiment, it is necessary to analyze the kinetics of the dolomite calcination reaction, through the analysis of the phase change of the calcined product with a match!3 calculations.

Keywords: Dolomite, phase, Calcination, Match!3

PENDAHULUAN

Dolomit merupakan mineral hasil dari sedimentasi unsur magnesium dan kalsium yang membentuk mineral berbasis karbonat. Mineral dolomit terbentuk dari proses sedimentasi endapan algae, kemudian mengalami proses geologi sehingga memadat menjadi batuan dolomit (bosellini, 2003). Mineral dolomit di Indonesia paling banyak terdapat di Kawasan perbukitan pantai utara Jawa Timur, dari Rembang sampai Gresik (Sulistiyono, 2015). Dolomit juga terdapat di P. Madura yaitu dari Bangkalan yang memiliki kadar 63,42% CaO dan 26,39% MgO (Angelina, 2022). Kawasan perbukitan yang kaya dolomit merupakan Kawasan yang masuk dalam zona geologi Rembang. Zona Rembang adalah Kawasan perbukitan kecil hasil dari proses antriklinorium dari peristiwa tektonik tersier akhir. Zona Rembang berada di Kabupaten Rembang- Jawa Tengah, Kabupaten Tuban, Gressik dan Lamongan- Jawa Timur. (Septian, 2018).

Hingga saat ini pemanfaatan dolomit hanya digunakan sebagai bahan untuk bangunan dan pupuk. Untuk bahan bangunan bongkahan dolomit dipotong-potong menjadi bentuk seukuran bata untuk dinding dan bongkahan yang cukup besar digunakan sebagai pondasi (Muntoha, 2007). Sebagai pupuk, dolomit dari batuan cukup digerus kemudian dikemas dalam karung dan dijual. Dolomit digunakan sebagai pupuk untuk perkebunan kelapa sawit (Ramadhan 2018). Untuk pemanfaatan mineral dolomit sebagai bahan material khusus seperti magnesium karbonat perlu dilakukan proses pemisahan antara unsur magnesium dan kalsium. Tahapan awal dari proses pengolahan dolomit adalah proses kalsinasi dolomit.

Proses kalsinasi dolomit adalah proses pelepasan gas karbon dioksida pada dolomit sehingga menyisakan senyawa CaO dan MgO. Pada proses kalsinasi ini terjadi dalam dua tahap reaksi yaitu kalsinasi parsial dan kalsinasi total (Sulistiyono, 2018). Kalsinasi parsial terjadi reaksi:



Kalsinasi total terjadi reaksi tahap kedua yaitu :



Berdasarkan data DTA-TG terhadap mineral dolomit dari Lamongan menunjukkan proses kalsinasi dolomit berlangsung dalam rentang temperature 700°C-900°C (Solihin, 2007). Dalam data DTA-TG tersebut dijelaskan bahwa pada temperature sekitar 700°C telah terjadi perubahan kurva dan pada temperature sekitar 900°C juga terjadi perubahan kurva. Hal ini menunjukkan adanya dua reaksi yang terjadi dalam dolomit tersebut (Solihin, 2007). Pada proses kalsinasi dolomit yang telah dilakukan dalam rentang 500°C, 600°C, 700°C, 800°C dan 900°C. Hasil percobaan menunjukkan bahwa titik optimum terjadi pada temperature 900°C dan waktu 4 jam, diperoleh pengurangan berat maksimum sebesar 46,74 % (Royani, 2016). Dari data XRD pada penelitian tersebut mulai dikenal dengan adanya proses kalsinasi total dan parsial. Proses kalsinasi total terjadi pada temperature 900°C diperoleh senyawa MgO dan CaO sedangkan pada kalsinasi 700°C hanya unsur magnesium yang terurai menjadi MgO sedangkan CaCO₃ tidak terurai (Royani, 2016).

Proses kalsinasi parsial yang terjadi pada temperatur 700°C dihasilkan pengurangan berat 24,42% dalam jangka waktu 3 jam. Sedangkan jika kalsinasi dinaikkan sampai temperatur 725°C diperlukan waktu satu jam. Pada variable ukuran butiran, terlihat bahwa ukuran butiran yang kasar proses kalsinasi berlangsung lebih cepat (Sulistiyono, 2015). Kalsinasi parsial memiliki keunggulan yaitu mampu memisahkan magnesium dan kalsium tanpa menggunakan bahan kimia yaitu cukup dengan menggunakan proses slaking dengan air dengan temperatur kalsinasi yang lebih rendah (Sulistiyono, 2017). Kalsinasi total dihasilkan magnesium oksida dan kalsium oksida yang susah dipisahkan dengan air. Pada proses kalsinasi total untuk memisahkan kalsium dan magnesium pada hasil kalsinasi diperlukan bahan kimia asam khlorida. Proses kalsinasi dengan temperature 900°C selama 5 jam diperoleh hasil kalsin dolomit. Kalsin dolomit tersebut setelah dilakukan proses leaching dengan HCl diperoleh ekstraksi magnesium sebesar 98,82 % (Royani, 2018).

Seiring dengan perkembangan aplikasi pembacaan analisis XRD maka pada tulisan ini akan memaparkan tentang metode match!3 yang akan mengamati kalsinasi parsial dan total. Pada tulisan ini akan diamati hasil analisa XRD dari proses kalsinasi pada temperature 725°C, 750°C dan 900°C dalam waktu kalsinasi 2 jam, 4 jam

dan 10 jam. Tujuan dari analisis match!3 pada paper ini adalah untuk mempelajari pergeseran phase setelah proses kalsinasi. Pergeseran fase hasil proses kalsinasi dapat menghitung kimetika reaksi kalsinasi bauik parsial maupun total. Diharapkan dapat diperoleh model kalsinasi yang tepat untuk pengembangan dolomit menjadi bahan material maju. Analisis Match! pernah dilakukan untuk menghitung jumlah fasa pada proses kalsinasi dolomit dari Bangkalan dengan temperature 800°C dan rentang waktu kalsinasi 30 menit sampai 2,5 jam. Dari hasil perhitungan Match diperoleh titik optimum proses kalsinasi selama 1 jam dengan hasil fase yang terbentuk adalah 47.1% CaCO₃ and 35.9% MgO. (Rochmawati, 2019).

METODE

Bahan Percobaan

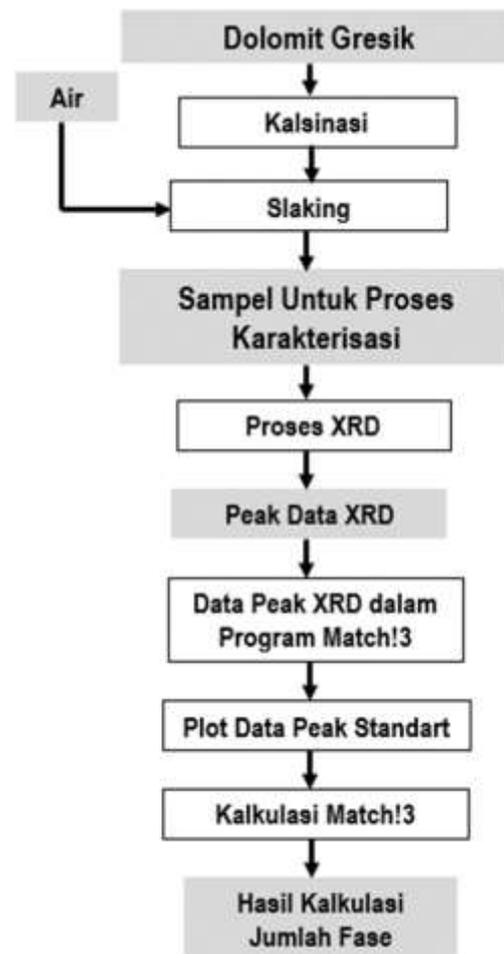
Pengamatan pada penelitian adalah terletak pada hasil analisis XRD pada proses kalsinasi dolomit yang diambil dari Kabupaten Gresik-Jawa Timur. Dolomit yang dikalsinasi adalah dolomit kasar dengan ukuran butiran 1 mm sampai 5 mm. Pada ukuran butiran tersebut diperoleh kalsinasi dengan hasil yang paling optimum (Sulistiyono, 2017). Hasil dari proses kalsinasi parsial dalam rentang 675°C sampai 750°C dan kalsinasi total pada temperatur 900°C. Sebagian dari hasil kalsinasi tersebut ditambahkan air sehingga mengalami proses slaking (Sulistiyono, 2017). Hasil proses slaking selanjutnya dilakukan kalkulasi dengan program Match!3.

Prosedur Analisis Match!3

Hasil analisis sampel padatan yang keluar dari peralatan XRD merupakan data dalam bentuk grafis yang membentuk pola tertentu. Oleh karena itu untuk mengetahui pola difraksi hasil analisis XRD diperlukan software tertentu. Salah satu software pembaca data adalah Match!3 yang dikembangkan oleh perusahaan Chrystal Impact. Pada program Match!3 ini sudah dapat dilakukan proses kalkulasi komposisi fase secara tepat dan mudah. Pada program yang lain pada umumnya hanya mengetahui adanya fase dalam padatan.

Setelah dilakukan proses kalsinasi dolomit, diperoleh bahan kalsin dolomit, Bahan tersebut kemudian dianalisis fase nya dengan

analisis XRD. Kemudian langkah berikutnya adalah proses kalkulasi match!3 dengan tahapan sebagai berikut :



Gambar 1. Prosedur Analisis Match!3

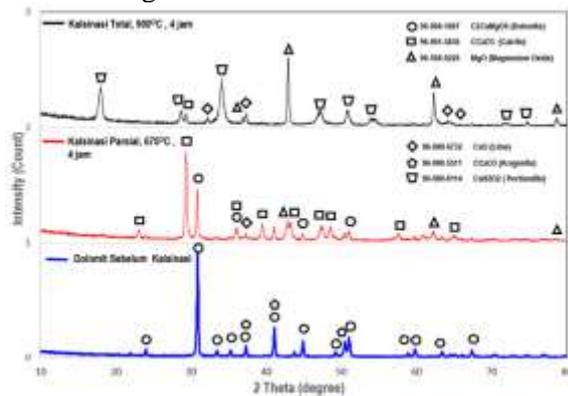
HASIL DAN PEMBAHASAN

Setelah dilakukan proses karakterisasi dengan menggunakan peralatan XRD terlihat data peak XRD yang dihasilkan dari peralatan XRD. Pada penelitian ini dilakukan analisis perbandingan peak yang dihasilkan adalah sebagai berikut :

Fase Kalsinasi Parsial dan Total

Pada pembahasan ini dilakukan perbandingan hasil analisis XRD terhadap sampel dolomit dari Gresik. Yang menjadi bahan perbandingan analisis Match!3 adalah hasil kalsinasi parsial dolomit pada 675°C selama 4 jam dan hasil kalsinasi total pada temperatur 900°C selama 4 jam. Adapun hasil dari pengamatan dengan metode X-Ray Diffraction

(XRD) diperoleh jenis fase dalam dua hasil adalah sebagai berikut :



Gambar 2. Pola difraksi pada Dolomit sebelum kalsinasi, kalsinasi parsial temperature 675°C selama 4 jam dan kalsinasi total pada temperature 900°C selama 4 jam.

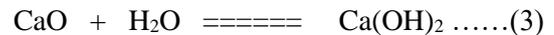
Setelah diperoleh hasil analisa XRD terlihat terjadi perubahan fasa pada ketiga sampel. Oleh karena itu dilakukan kalkulasi jumlah fasa pada padatan. Hasil analisis perhitungan dengan metode Match!3 adalah sebagai berikut:

Tabel 1. Hasil kalkulasi prosentase Fasa pada dolomit sebelum kalsinasi, kalsinasi 675°C dan 900°C dengan waktu kalsinasi 4 jam

No	Jenis Fasa	Fasa (%wt)		
		Awal	675°C	900°C
1	$\text{CaCO}_3.\text{MgCO}_3$	97,4	28,9	-
2	MgCO_3	2,3	-	-
3	CaCO_3	0,3	54,3	5,8
4	MgO	-	16,8	39,6
5	CaO	-	-	4,0
6	Ca(OH)_2	-	-	50,6

Dari hasil analisis Match!3 terlihat bahwa dolomit dari sampel yang diambil di Gresik menunjukkan dolomit tersebut memiliki tiga jenis fasa yaitu fasa dolomit, fasa kalsit dan fasa magnesit. Pada proses kalsinasi temperatur 675°C selama 4 jam menunjukkan masih terdapat fasa dolomit ($\text{CaCO}_3.\text{MgCO}_3$). Reaksi yang terbentuk pada kalsinasi temperatur 675°C selama 4 jam adalah reaksi (1) karena munculnya MgO dalam jumlah 16,8 % berat dan munculnya CaCO_3 dalam jumlah 54,3 %. Pada temperature kalsinasi 900°C selama 4 jam reaksi peruraian dolomit sudah selesai ditandai dengan hilangnya dolomit ($\text{CaCO}_3.\text{MgCO}_3$) dan muncul fasa CaO sebanyak 4 % dan Ca(OH)_2 dalam jumlah sangat

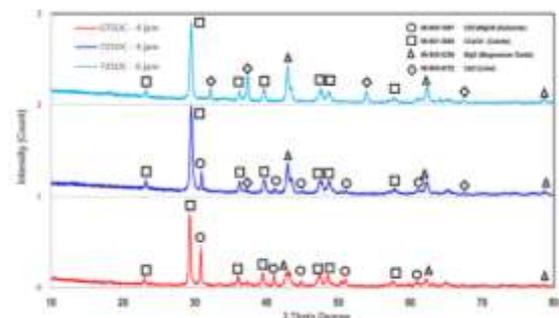
banyak yaitu 50,6 %. Adanya Ca(OH)_2 dalam padatan karena adanya reaksi antara CaO yang higroskopis dengan uap air membentuk Ca(OH)_2 , dengan Reaksi yang terjadi:



Proses kalsinasi 900°C selama 4 jam, reaksi (2) yaitu peruraian CaCO_3 sudah hampir selesai yaitu dengan berkurangnya fasa CaCO_3 menjadi 5,8 %.

Fasa Kalsinasi 725°C

Dari hasil percobaan kalsinasi parsial terlihat bahwa kalsinasi pada temperatur 675°C selama 4 jam masih banyak terdapat fasa dolomit. Sehingga perlu dilakukan penambahan temperatur untuk mempercepat reaksi peruraian dolomit pada proses kalsinasi parsial lebih sempurna. Pada penelitian ini temperatur ditingkatkan menjadi 725°C , hal ini sesuai dengan percobaan sebelumnya dimana pada temperatur 750°C dan waktu 10 jam dolomit sudah hilang (Sulistiyono, 2018). Hasil XRD pada percobaan pada gambar 3 sebagai berikut:



Gambar 3. Pola difraksi pada kalsinasi parsial temperature 675°C selama 4 jam dan temperature 725°C selama 4 jam dan 6 jam.

Tabel 2. Hasil kalkulasi prosentase Fasa pada kalsinasi 675°C selama 4 jam dan 725°C selama 4 jam dan 6 jam.

No	Jenis Fasa	Fasa (%wt)		
		675°C 4 jam	725°C 4 jam	725°C 6 jam
1	$\text{CaCO}_3.\text{MgCO}_3$	28,9	10,5	0,8
3	CaCO_3	54,3	54,5	45,6
4	MgO	16,8	34,9	40,2
5	CaO	-	0,1	13,3

Dari hasil proses kalsinasi pada temperatur 675°C selama 4 jam diperoleh MgO 16,8 % dan tidak ada CaO yang terbentuk hal ini sangat bagus untuk pemisahan magnesium dan kalsium pada dolomit. Namun pada temperatur tersebut fasa dolomit ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) masih cukup tinggi sehingga hasil yang diperoleh MgO sangat rendah. Pada proses kalsinasi 725°C selama 4 jam terjadi peningkatan perolehan MgO menjadi 34,9 % berat, namun keberadaan fasa dolomit ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) dalam padatan 10,5 % berat. Dengan memperpanjang waktu kalsinasi dari 4 jam menjadi 6 jam, maka fasa dolomit ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) berkurang menjadi 0,8 % berat dan fasa MgO bertambah dari 34,9 % berat menjadi 40,2 % berat. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses reaksi (1) berjalan dengan baik, namun muncul fasa CaO menunjukkan reaksi (2) telah meningkat. Dengan penambahan waktu dari 4 jam menjadi 6 jam dalam temperature proses 725°C, telah terjadi peningkatan kadar CaO dari 0,1 % menjadi 13,3 %.

Dari hasil analisa Match!3 terungkap bahwa untuk mendapatkan reaksi kalsinasi parsial yaitu reaksi (1) berjalan maksimal, tanpa ada reaksi (2) sulit dilakukan pada temperature 725°C. Hal ini karena hasil analisa Match!3 menunjukkan reaksi (1) belum maksimal, reaksi (2) sudah mulai. Sehingga proses pemisahan magnesium dan kalsium pada dolomit dengan mengatur proses kalsinasi sulit dilakukan, kecuali dengan mengorbankan sebagian dolomit tidak bereaksi melalui kalsinasi dolomit pada temperature rendah dan proses kalsinasi yang singkat.

SIMPULAN DAN SARAN

Hasil kalkulasi Match!3 menunjukkan titik krusial proses kalsinasi pada temperatur 725°C selama 4, yaitu mulai terbentuk fasa CaO dengan kadar 0,1 %. Sehingga untuk mendapatkan proses pemisahan magnesium dan kalsium pada dolomit, kisaran proses kalsinasi dilakukan pada temperatur 725°C dan waktu 4 jam.

Dengan melihat hasil kalkulasi Match!3 tersebut maka perlu dilakukan percobaan mendalam pada kalsinasi dolomit. Percobaan mendalam ini meliputi penambahan interval waktu dan temperatur sehingga diperoleh data yang lebih lengkap, kemudian dilakukan analisis kinetika reaksi kalsinasi dolomit yaitu reaksi (1) dan (2).

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad Royani, Eko Sulistiyono & Deddy Sufiandi.2016. *Pengaruh Suhu Kalsinasi Pada Proses Dekomposisi Dolomit*. Jurnal Sains Materi Indonesia Vol.18. No. 1, Oktober 2016, Hal. 41-46, ISSN:1411-1098.
- Ahmad Royani, Eko Sulistiyono, Agus Budi Prasetyo & Rudi Subagja. 2018. *Extraction of Magnesium from Calcined Dolomite ore using Hydrochloric Acid*
- Angelina O.Vironika dan Lydia Rochmawati. 2022. *Sintesis CaCO_3 dari Dolomit Bangkalan Dengan Metode Leaching* Jurnal Sains dan Matematika t, Vol 7, No.1 April 2022:39-42. E-ISSN: 2548-1835.
- Alfonso Bosellini, Piero Gianolla, and Marco Stefani.2003. *Geology of the Dolomites*. Episodes, Vol. 26, no. 3 : pp.181-185.
- Eko Noviandi Ginting, Iput Pradiko, Rana Farrasati & Suroso Rahutomo. 2020. *Pengaruh Rock Phosphate dan Dolomit terhadap Distribusi Perakaran Tanaman Kelapa Sawit pada tanah Ultisol*.Jurnal Agrikultura.2020.31(1):32-41. ISSN:0853-2885.
- Eko Sulistiyono, Florentinus Firdiyono, Nadia Chrisayu Natasha, Deddy Sufiandi.2015. *Pengaruh Ukuran Butiran Terhadap Struktur Kristal Pada Proses Kalsinasi Parsial Dolomit*, Majalah Medtalogi (2015)3:125-132. www.ejurnalmetalurgi.Com.
- Eko Sulistiyono, F. Firdiyono, NC Natasha and Y.Amalia.2017.*Comparison of Dolomite Crystal Structure, Calcination Dolomite, and Magnesium Hydroxide in Partial Calcination and Slaking Process*.IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 176(2017)012041, doi: 10.1088/1757-899X/176/012041,
- Moh Muntaha.2007.*Identifikasi Kekuatan Batu Kumpang (Batu Putih) Sebagai Salah Satu Alternatif Bahan Bangunan*. Jurnal APLIKASI, Volume 2. No.1, Februari 2007, ISSN.1907-753X.

- Muhammad Ramadhan, Asmarlaili Sahar Hanafiah & Hardi Guchi.2018. *Respon pertumbuhan Bibit Kelapa Sawit (Elaeis Guineensis Jacq.).terhadap Pemberian Dolomit, Pupuk dan Bakteri Pereduksi Sulfat pada Tanah Sulfat Masam di Rumah Kaca*, Jurnal Agroetnologi FP USU, Vol.6,No.3, Juli 2018(61):432-441. e-ISSN:2337-6597.
- L Rohmawati, S P Sholicha, S Holisa SP and W Setyarsih.2019. *Identification of Phase CaCO₃/MgO in Bangkalan Dolomite Sand as An Antibacterial Substance*. Journal of Physics: Conference Series. 1417 (2019) 012001, doi:10.1088/1742-6596/1417/1/012001
- Septian Firdaus dan Agung Setianto.2018. *Interprestasi Struktur Geologi Berdasarkan Citra Landstad 8, SRTM Dan Anomali Medan Gravitasi Satelit di Cekungan Jawa Timur Utara*. Prosiding Seminar Nasional Geotik 2018. ISSN: 2580-8796, Hal : 193-204
- Solihin, Tri Arini dan Eni Febriana.2012. *Synthesis of Ultra Fine Grain Magnesium Carbonate Part 1. Calcination Behaviour Of Indonesia Dolomite*. Majalah Metalurgi, V 27.3.2012, ISSN 0216-3188/ hal 273-278