

**PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF ASAM
SITRAT 20 ppm PADA PEMBENTUKAN KRISTAL
 CaSO_4 (Kalsium Sulfat)**



TUGAS AKHIR

**Diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar
Sarjana S-1 pada Jurusan Teknik Mesin
Fakultas Teknik
Universitas Muhammadiyah Semarang**

Disusun oleh:

FARID DHANU PANJINUGROHO

C2A213001

**PROGRAM STUDI TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK MESIN
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SEMARANG
2016**

PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF ASAM SITRAT 20 ppm PADA PEMBENTUKAN KRISTAL CaSO_4 (Kalsium Sulfat)

Oleh :

Farid Dhanu Panjinugroho

C2A213001

Program Studi Teknik Mesin Fakultas Teknik

Universitas Muhammadiyah Semarang

e-mail : thopiboy@yahoo.co.id

Abstrak

Pembentukan kerak pada sistem perpipaan di industri maupun rumah tangga menimbulkan banyak permasalahan teknis dan ekonomis. Hal ini disebabkan karena kerak dapat menutupi atau menyumbat air yang mengalir dalam pipa dan sekaligus menghambat proses perpindahan panas pada peralatan penukar panas. Sehingga kerak yang terbentuk pada pipa-pipa akan memperkecil diameter dan akhirnya meningkatkan biaya produksi. Tujuan dilakukan penelitian ini yaitu untuk mengembangkan alat *Closed Circuit Scale Simulator*, memahami mekanisme pembentukan kerak CaSO_4 dengan suhu 30°C dan suhu 40°C didalam pipa dengan aliran fluida dan mengkaji hasil morfologi, kristalografi dan komposisi kerak. Percobaan dilakukan dengan beberapa kupon yang terbuat dari pipa tembaga yang merupakan bahan pipa yang umum digunakan dalam industri. Dalam penelitian ini dilakukan suatu pengembangan alat untuk mensimulasikan pertumbuhan kerak di dalam pipa uji. Alat uji ini dirangkai pada suatu rangka yang terbuat dari bahan plat besi siku. Hasil yang didapatkan selama pengujian dengan mereaksikan CaCl_2 dan Na_2SO_4 menggunakan larutan Ca^{2+} berkonsentrasi 3000 ppm dengan laju alir 30 ml/menit, dapat menumbuhkan kerak CaSO_4 dengan Berat kerak sebesar 0,0127 gram untuk suhu 30°C dan 0,0482 untuk suhu 40°C waktu induksi yang dibutuhkan adalah 20 dan 26 menit. Dan dari hasil SEM CaSO_4 diketahui bentuk kristal yang dihasilkan seratus persen *Monoclinic*.

Kata Kunci : CaSO_4 , Waktu Induksi, Morfologi, XRD, EDX

Effect Of Temperature And Substance Citric Acid Additives 20 ppm CaSO_4 On

The Formation Of Crystals (Calcium Sulfate)

<http://lib.unimus.ac.id>

by :

Farid Dhanu Panjinugroho
C2A213001

Mechanical Engineering Study Program, Faculty of Engineering
Universitas Muhammadiyah Semarang
e-mail : Farid Dhanu Panjinugroho

Abstract

The formation of encrustation in the pipe system in the industry either or the house will causes a lot of technical problems and economical. This is causes of encrustation can cover or plug the water up that flow in the pipe and all at once plug the process up of transfer of heat in the equipment of alteration of heat. With the result that encrustation wich built of pipes will minimizing the diameter and the result the increase of productive payment. The purpose of this research is for developing closed circuit scale simulator device, understanding the mechanism of formation the encrustation CaSO_4 in the pipe with the rate of laminar and inspect the result of accidence, crystalography and the composition of encrustation. The experimentation is done with some coupon that made from copper pipe that make up from substance of pipe wich is usual used in the industry. In this research is done an instrument developing for the simulation of growing the encrustation up in the pipe experimental. This instrument is mad of framework that made from elbow iron metal sheets. The result that get along the experiment with making a reaction of CaCl_2 and Na_2SO_4 using liquid of Ca^{2+} with a concentration 3000ppm with a rate of 30ml/minutes, can growing the encrustation up CaSO_4 with the total weight of encrustation is 0,0127 gram for 30°C and 0,0482 gram for 40°C , the time of induction that is needed is 20 and 26 minutes. And from the result of SEM CaSO_4 is known the crystal from that is producted a hundred percent *Monoclicic*.

Keyword : CaSO_4 , time induction, Morphology, XRD, EDX

PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF ASAM SITRAT
20 ppm PADA PEMBENTUKAN KRISTAL CaSO_4 (Kalsium Sulfat)

Disusun oleh:

FARID DHANU PANJINUGROHO
C2A213001

Program Studi S1 Teknik Mesin
Universitas Muhammadiyah Semarang



Menyetujui :
Tim Pembimbing

Tanggal
Ka.Prodi S1 Teknik Mesin,

Rubijanto Juni P. ST, MT
NIK. 28.6.1026.091

Pembimbing,

Wakil Pembimbing,

Drs. H. Samsudi Raharjo ST, MT, MM.
NIK. 28.6.1026.028

Rubijanto Juni P. ST, MT
NIK. 28.6.1026.091

PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF ASAM SITRAT 20 ppm PADA PEMBENTUKAN KRISTAL CaSO_4 (Kalsium Sulfat)

Oleh :

Farid Dhanu Panjinugroho

C2A213001

Program Studi Teknik Mesin Fakultas Teknik

Universitas Muhammadiyah Semarang

e-mail : thopiboy@yahoo.co.id

Abstrak

Pembentukan kerak pada sistem perpipaan di industri maupun rumah tangga menimbulkan banyak permasalahan teknis dan ekonomis. Hal ini disebabkan karena kerak dapat menutupi atau menyumbat air yang mengalir dalam pipa dan sekaligus menghambat proses perpindahan panas pada peralatan penukar panas. Sehingga kerak yang terbentuk pada pipa-pipa akan memperkecil diameter dan akhirnya meningkatkan biaya produksi. Tujuan dilakukan penelitian ini yaitu untuk mengembangkan alat *Closed Circuit Scale Simulator*, memahami mekanisme pembentukan kerak CaSO_4 dengan suhu 30^0 c dan suhu 40^0 c didalam pipa dengan aliran fluida dan mengkaji hasil morfologi, kristalografi dan komposisi kerak. Percobaan dilakukan dengan beberapa kupon yang terbuat dari pipa tembaga yang merupakan bahan pipa yang umum digunakan dalam industri. Dalam penelitian ini dilakukan suatu pengembangan alat untuk mensimulasikan pertumbuhan kerak di dalam pipa uji. Alat uji ini dirangkai pada suatu rangka yang terbuat dari bahan plat besi siku. Hasil yang didapatkan selama pengujian dengan mereaksikan CaCl_2 dan Na_2SO_4 menggunakan larutan Ca^{2+} berkonsentrasi 3000 ppm dengan laju alir 30 ml/menit, dapat menumbuhkan kerak CaSO_4 dengan Berat kerak sebesar 0,0127 gram untuk suhu 30^0 c dan 0,0482 untuk suhu 40^0 c waktu induksi yang dibutuhkan adalah 20 dan 26 menit. Dan dari hasil SEM CaSO_4 diketahui bentuk kristal yang dihasilkan seratus persen *Monoclinic*.

Kata Kunci : CaSO_4 , Waktu Induksi, Morfologi, XRD, EDX

Effect Of Temperature And Substance Citric Acid Additives 20 ppm
CaSO₄ On The Formation Of Crystals (Calcium Sulfate)

by :

Farid Dhanu Panjinugroho
C2A213001

Mechanical Engineering Study Program, Faculty of Engineering
Universitas Muhammadiyah Semarang
e-mail : Farid Dhanu Panjinugroho

Abstract

The formation of encrustation in the pipe system in the industry either or the house will causes a lot of technical problems and economical. This is causes of encrustation can cover or plug the water up that flow in the pipe and all at once plug the process up of transfer of heat in the equipment of alteration of heat. With the result that encrustation wich built of pipes will minimizing the diameter and the result the increase of productive payment. The purpose of this research is for developing closed circuit scale simulator device, understanding the mechanism of formation the encrustation CaSO₄ in the pipe with the rate of laminar and inspect the result of accident, crystallography and the composition of encrustation. The experimentation is done with some coupon that made from copper pipe that make up from substance of pipe wich is usual used in the industry. In this research is done an instrument developing for the simulation of growing the encrustation up in the pipe experimental. This instrument is mad of framework that made from elbow iron metal sheets. The result that get along the experiment with making a reaction of CaCl₂ and Na₂SO₄ using liquid of Ca²⁺ with a concentration 3000ppm with a rate of 30ml/minutes, can growing the encrustation up CaSO₄ with the total weight of encrustation is 0,0127 gram for 30 ° c and 0,0482 gram for 40 ° c, the time of induction that is needed is 20 and 26 minutes. And from the result of SEM CaSO₄ is known the crystal from that is producted a hundred percent *Monoclicic*.

Keyword : CaSO₄, time induction, Morphology, XRD, EDX

PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : FARID DHANU PANJINUGROHO
NIM : C2A213001
Judul Tugas Akhir : PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF
ASAM SITRAT 20 ppm PADA PEMBENTUKAN
KRISTAL CaSO_4 (Kalsium Sulfat)

Menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul tersebut belum pernah dipublikasikan dilingkungan Universitas Muhammadiyah Semarang. Tugas Akhir ini saya susun dengan berdasarkan norma akademik dan bukan hasil plagiat. Adapun semua kutipan di dalam Tugas Akhir ini telah disesuaikan dengan tata cara penulisan karya ilmiah dengan menyertakan pembuat/penulis dan telah dicantumkan didalam daftar pustaka.

Pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya dan apabila dikemudian hari ternyata terbukti bahwa pernyataan saya tidak benar, saya bersedia menerima segala konsekuensinya.

Semarang, Januari 2016

Yang menyatakan,

FARID DHANU PANJINUGROHO

SURAT PERNYATAAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini saya :

Nama : Farid Dhanu Panjinugroho
NIM : C2A213001
Fakultas / Jurusan : Teknik / Teknik Mesin
Jenis Penelitian : Tugas Akhir
Judul : PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF ASAM
SITRAT 20 ppm PADA PEMBENTUKAN KRISTAL
CaSO₄ (Kalsium Sulfat)

Dengan ini menyatakan bahwa saya menyetujui untuk :

1. Memberikan hak bebas royalti kepada Perpustakaan Unimus atas penulisan karya ilmiah saya, demi pengembangan ilmu pengetahuan.
2. Memberikan hak penyimpanan, mengalih mediakan/mengalih formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*data base*), mendistribusikannya, serta menampilkan dalam bentuk *softcopy* untuk kepentingan akademis kepada Perpustakaan Unimus, tanpa perlu meminta ijin dari saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta.
3. Bersedia dan menjamin untuk menanggung secara pribadi tanpa melibatkan pihak Perpustakaan Unimus, dari semua bentuk tuntutan hukum yang timbul atas pelanggaran hak cipta dalam karya ilmiah ini.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan semoga dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Semarang, Januari 2016

Yang Menyatakan,

FARID DHANU PANJINUGROHO

<http://lib.unimus.ac.id>

MOTTO

- ❖ Kegagalan adalah keberhasilan yang tertunda.
- ❖ Jadikanlah pengalaman sebagai guru yang terbaik dalam kehidupan.
- ❖ Hormatilah orang tuamu.
- ❖ Cobalah untuk terus selalu melakukan yang terbaik, agar tidak timbul penyesalan dikemudian harinya.
- ❖ Ketekunan, kedisiplinan, dan ketaqwaan adalah kunci keberhasilan.
- ❖ Kita tidak pernah tahu apa hasil dari perjuangan kita sebelum kita mencobanya.



PERSEMBAHAN

Atas rahmat dan ridho Allah SWT, karya tugas akhir ini penulis persembahkan untuk:

1. Ayahku dan Ibuku tercinta yang dengan segala jerih payahnya selalu membiayai dan mendorong studiku sampai penyusunan tugas akhir ini.
2. Teman kuliah seangkatan 2013 yang telah mendukungku.
3. Semua rekan-rekan Teknik Mesin yang telah melukis begitu banyak kenangan.
4. Semua Dosen FT yang telah menuntunku dalam revisi.
5. Semua pegawai Universitas Muhammadiyah Semarang di kampus Kasipah.



KATA PENGANTAR

Segala Puji bagi Allah SWT yang telah memberikan segala Rahmat dan karunia-Nya pada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul “PENGARUH TEMPERATUR DAN ZAT ADITIF ASAM SITRAT 20 ppm PADA PEMBENTUKAN KRISTAL CaSO_4 (Kalsium Sulfat) ”. Shalawat dan salam disampaikan kepada Nabi Muhammad SAW mudah-mudahan kita semua mendapatkan safaat dihari akhir nanti. Tugas akhir ini tidak dapat diselesaikan dengan baik, tanpa adanya bimbingan dan bantuan dari beberapa pihak terkait. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih penghargaan yang tinggi kepada :

1. Prof. Dr. Masrukhi, M.Pd, selaku Rektor Universitas Muhammadiyah Semarang.
2. Drs. H. Samsudi Raharjo, ST, MM, MT, selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Semarang dan Dosen Pembimbing yang telah berkenan memberikan bimbingan dengan penuh kesabaran.
3. Rubijanto Juni P, ST, MT, selaku Kaprodi Teknik Mesin dan Wakil Dosen Pembimbing Universitas Muhammadiyah Semarang.
4. Orang tua dan istriku tercinta yang selalu mendoakan dan selalu memberikan motivasi.
5. Teman-teman seperjuangan Teknik Mesin angkatan 2013 atas bantuan dan dukungannya.
6. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah memberikan bantuan dan doa.

Semoga Allah senantiasa memberikan taufik dan hidayah-Nya kepada kita semua. Selanjutnya penulis mengharapkan semoga Tugas Akhir ini dapat memberi manfaat bagi kita semua.

Semarang, Januari 2016

Penulis,

Farid Dhanu Panjinugroho

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME	v
SURAT PERNYATAAN PUBLIKASI	vi
MOTTO	vii
PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan dan batasan masalah	3
1.2.1 Perumusan Masalah	3
1.2.2 Batasan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
1.5 Metode Penulisan	4
1.6 Sistematika penulisan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Kerak	6
2.2 Pembentukan kerak	7
2.3 Jenis Kerak dan Faktor yang mempengaruhi Kerak	9
2.4 Kristalisasi.....	12
2.4.1 Sistem Kristal	13
2.4.1.1 Sistem Kristal Kubus.....	13

2.4.1.2	Sistem Kristal Tetragonal.....	13
2.4.1.3	Sistem Kristal Ortorombik	14
2.4.1.4	Sistem Kristal Monoklin	15
2.4.1.5	Sistem Kristal Triklin	16
2.4.1.6	Sistem Kristal Rombohedral atau Trigonal	17
2.4.1.7	Sistem Kristal Heksagonal	18
2.5	Kalsium Sulfat (CaSO_4)	20
2.6	Pengaruh Temperatur Terhadap Pembentukan Kerak	20
2.7	Waktu Induksi	21
2.8	Pengaruh Asam Sitrat Terhadap Pembentukan Kerak	22

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Bahan Penelitian	23
3.2	Alat Penelitian	23
3.3	Diagram Alir Penelitian	24
3.4	Langkah Penelitian	25
3.4.1	Alat Eksperimen Pembentukan Kerak	25
3.4.2	Pengujian Alat.....	26
3.4.3	Pembuatan Larutan CaCl_2 , Na_2SO_4 , dan asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) sebagai aditif	27
3.4.4	Persiapan Pipa Uji.....	29
3.5	Pengambilan Data.....	30
3.6	Pengujian SEM, Microanalyzer (EDX) dan XRD.....	31

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1.....	Peng aruh Suhu Terhadap Massa Kerak CaSO_4	32
4.2.....	Peng aruh Zat Aditif Asam Sitrat 20 ppm Terhadap Massa Kerak CaSO_4	34
4.3.....	Analisa Waktu Induksi	36
4.4.....	Peng ujian SEM	38

4.5.....	Peng
ujian EDS	40
4.6.....	Peng
ujian XRD	41

BAB V PENUTUP

5.1.....	Kesi
mpulan	43
5.2.....	Saran
.....	44

DAFTAR PUSTAKA.....	45
----------------------------	-----------

LAMPIRAN.....	49
----------------------	-----------



DAFTAR TABEL

2.1	Jenis	
Komponen Endapan Kerak.....		10
2.2	Klasi	
fikasi Pengendapan Kerak		10
2.3	Enda	
pan Kerak yang Umum Terdapat di Dalam Ladang Minyak		11
2.4	Tabel	
Sistem Kristalisasi		19
4.1		
Pengaruh Suhu Terhadap Massa Kerak Kalsium Sulfat.....		32
4.2	Peng	
aruh Zat Aditif Asam Sitrat 20 ppm Terhadap Massa Kerak Kalsium Sulfat		
.....		34
4.3	Hasil	
Analisis Mikro Kristal Kalsium Sulfat		40

DAFTAR GAMBAR

2.1	Endapan kerak kalsium karbonat (a) dalam Pipa (b) permukaan Heat exchangers	6
2.2	Pertumbuhan dan pengendapan kerak (a) Homogen nucleation (b) Heterogeneous nucleation	9
2.3	Sistem Kristal Kubus	13
2.4	Sistem Kristal <i>Tetragonal</i>	14
2.5	Sistem Kristal <i>Ortorombik</i>	15
2.6	Sistem Kristal <i>Monoklin</i>	16

2.7	Siste	
m Kristal <i>Triklin</i>	16	
2.8	Siste	
m Kristal <i>Rombohedral</i> atau <i>Trigonal</i>	17	
2.9	Siste	
m Kristal <i>Heksagonal</i>	18	
2.10.....	Wakt	
u induksi tanpa aditif dan dengan penambahan beberapa aditif terhadap pembentukan kerak gipsum.....	21	
2.11.....	Rum	
us Struktur Asam Sitrat	22	
3.1	Desai	
n prototype <i>Closed Circuit Scale Simulator</i>	23	
3.2	Diagr	
am Alir Penelitian.....	24	
3.3	Alat	
Penelitian dan Blok Diagram	26	
3.4	Kupo	
n.....	29	
4.1	Grafi	
k Hubungan Pengaruh Zat Suhu Terhadap Massa kerak Kalsium Sulfat	33	
4.2	Grafi	
k Hubungan Pengaruh Zat Aditif Asam Sitrat 20 ppm Massa Kerak Kalsium Sulfat	35	
4.3	Reak	
si Penghambatan Kerak kalsium sulfat oleh asam sitrat 20 ppm	36	
4.4	Grafi	
k Hubungan Konduktivitas Terhadap Waktu	37	
4.5	Morf	
ologi Kerak Kalsium Sulfat Hasil Percobaan (a) Tanpa Penambahan (b) Penambahan Aditif asam sitrat 20 ppm.....	38	

4.6	Gam
bar Hasil Analisis EDS (Penambahan As. Sitrat 20 ppm)	40
4.7	Hasil
Pengukuran XRD dari Percobaan Dengan Konsentrasi 3000 ppm,	
penambahan asam sitrat 20 ppm (bawah), JCPDS CaSO ₄ (bawah).....	42

DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SEM = *Scaning Elektronik Mikroskop*

α = Alfa

β = Beta

γ = Gama

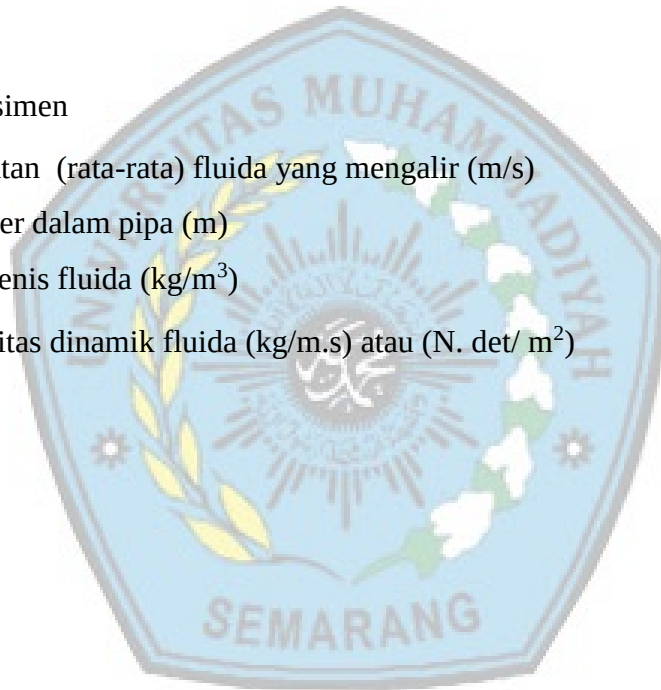
μs = Microsimen

V = kecepatan (rata-rata) fluida yang mengalir (m/s)

D = diameter dalam pipa (m)

ρ = masa jenis fluida (kg/m³)

μ = viskositas dinamik fluida (kg/m.s) atau (N. det/ m²)



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pengerakan kalsium sulfat tidak hanya fenomena kristalisasi yang terbentuk dalam proses alami (*biomineralization*), tetapi merupakan masalah yang sering ditemui dalam berbagai kegiatan industri (Setta dan Neville 2014). Hal ini disebabkan karena terdapatnya unsur-unsur pembentuk kerak seperti alkalin, kalsium, klorid, sulfat dalam jumlah yang melebihi kelarutannya pada keadaan kesetimbangan. Kerak biasanya mengendap dan tumbuh pada peralatan industri seperti *cooling tower, heat exchangers, pipe, casing manifold, tank* dan peralatan industri lainnya. Kerak merupakan suatu deposit dari senyawa-senyawa anorganik yang terendapkan dan membentuk timbunan kristal pada permukaan suatu substansi (Kiaei dan Haghtalab, 2014).

Potensi kerak yang disebabkan oleh garam CaSO_4 (kalsium Sulfat) dimiliki hampir semua jenis sumber air di dunia seperti air tanah, air payau, air laut serta air limbah. Kalsium Sulfat membentuk padatan atau deposit yang sangat kuat menempel pada permukaan material. Sejalan ini CaSO_4 merupakan penyebab kerak pada beberapa sistem seperti instalasi *cooling water* (Tzotzi dkk, 2007). Penyebab terjadi kerak di dalam pipa akan mengurangi diameter serta menghambat aliran fluida pada sistem pipa tersebut, sehingga menimbulkan masalah terhambatnya aliran fluida. Terganggunya aliran fluida tersebut menyebabkan tekanan semakin tinggi, sehingga pipa mengalami kerusakan (Asnawati, 2001). Pembentukan kerak dapat dicegah dengan cara pelunakan dan pembebasan mineral air, akan tetapi penggunaan air bebas mineral dalam industri-industri besar membutuhkan biaya yang lebih tinggi (Sousa dan Bertran, 2014).

Metode mengatasi pembentukan kerak di industri minyak dan gas biasanya dengan menerapkan bahan kimia yang dikenal sebagai *inhibitor* untuk mengontrol pertumbuhan kristalisasi CaSO_4 dengan tujuan, mengurangi, mencegah atau menunda, pembentukan kerak CaSO_4 . Biasanya formulasi ini

mengandung fosfonat dan karboksilat senyawa atau *polymerspolyacrylate* yang disebut sebagai *anti-scalants*. Inhibitor biasanya diinjeksikan kedalam larutan yang secara kontinyu maupun periodik metode ini mampu mengendalikan proses *nucleation*, pertumbuhan kristal CaSO_4 yang terjadi pada permukaan pipa dan peralatan lainnya (Sousa dan Bertran, 2014).

Kerak juga dapat dicegah menggunakan aditif asam sebagai *inhibitor* untuk menurunkan pH larutan, mengontrol *impurity* ion senyawa anorganik serta komposisi morfologi dan fase kristal CaSO_4 dan mencegah proses *nucleation*, pertumbuhan kristal CaSO_4 namun menghilangkan kerak menggunakan asam dengan konsentrasi tinggi tidak efektif karena dapat meningkatnya laju korosi yang cukup tinggi (Wang dkk, 2010). Hal-hal inilah yang mendasari untuk dilakukan suatu penelitian lebih lanjut mengenai inhibitor kerak baru yang lebih efektif dan ramah lingkungan yaitu dengan inhibithor asam sitrat.

Peningkatan laju aliran akan memperpendek periode induksi karena meningkatkan frekuensi pertumbuhan molekul dalam larutan. Tingkat pertumbuhan kristal ditentukan oleh pengaruh suhu dalam sistem aliran. Semakin tinggi suhu maka kecepatan pertumbuhan Kristal akan semakin meningkat sehingga jumlah kerak yang terbentuk akan semakin besar. Rabizadeh (2014) menyatakan bahwa dengan meningkatnya temperature mempengaruhi kecepatan pertumbuhan kerak. Hal ini dikarekanakan semakin tinggi suh makan semakin besar tumbukan antar ion yang berdampak semakin cepat reaksi pembentukan kerak.

Oleh karena itu, pada penelitian ini menggunakan asam sitrat sebagai *inhibitor* dengan parameter variasi suhu diharapkan mampu menghambat laju pertumbuhan kerak kalsium sulfat yang terbentuk di dalam pipa-pipa industri. Penelitian ini juga mempelajari pengaruh penambahan asam sitrat, mengetahui perubahan fasa kristal dan pertumbuhan massa kerak.

1.2. Perumusan dan Batasan Masalah

1.2.1. Perumusan masalah

Pengerakan kalsium Sulfat sangat merugikan dalam proses produksi sehingga harus dilakukan usaha untuk menghambat pembentukannya dengan cara mengatur parameter proses yang mempengaruhi pertumbuhannya, diantaranya adalah suhu operasi. Selain itu langkah untuk menghambat pertumbuhan kerak kalsium Sulfat ditambahkan aditif ke dalam larutan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui bagaimana proses pembentukan kerak CaSO_4 dalam pipadapat dihambat dengan memvariasikan Suhu (30°C , 60°C) dan konsentrasi aditif berupa asam sitrat 20 ppm.

1.2.2. Batasan masalah

Dalam penelitian ini peneliti membatasi permasalahan kerak yang dikaji yaitu kerak kalsium sulfat. Pemilihan ini didasari pertimbangan bahwa kerak kalsium sulfat adalah jenis kerak yang paling banyak dijumpai dalam lingkungan dalam industri (Rabizadeh, 2014). Pengerakan kalsium sulfat sangat merugikan dalam proses produksi sehingga harus dilakukan usaha untuk menghambat pembentukannya dengan cara mengatur parameter proses yang mempengaruhi pertumbuhannya, diantaranya adalah temperatur. Selain itu langkah untuk menghambat pertumbuhan kerak kalsium sulfat ditambahkan aditif ke dalam larutan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui bagaimana proses pembentukan kerak kalsum sulfat dalam pipa pada variasi suhu (30 , 60°C) dan dihambat dengan aditif berupa asam sitrat 20 ppm.

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui proses pengerakan kalsium sulfat CaSO_4 di dalam pipa.
2. Mengetahui pengaruh suhu 30°C , 60°C terhadap pembentukan kerak CaSO_4 .
3. Mengetahui massa kerak dan pengaruh zat aditif asam sitrat 20 ppm terhadap pembentukan dan morfologi kerak CaSO_4

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini merupakan kajian eksperimental yang hasilnya berupa data empirik tentang fenomena pembentukan kerak kalsium Sulfat (CaSO_4) dan proses pencegahan terbetuknya kerak dengan menambahkan aditif asam sitrat. Maka dari itu diharapkan akan memberikan manfaat pada umumnya bagi pengkajian dan pengembangan ilmu tentang kerak pada aspek proses pembentukan dan pencegahannya baik kerak dilingkungan sehari-hari maupun kerak yang muncul dalam industri, khususnya bagi para operator industri yang terkait dengan bidang kerak (seperti *boiler*, *cooling tower* dan *heat exchanger*) bias mendapatkan tambahan sumber informasi dalam menjalankan tugasnya.

1.5 Metodologi Penulisan

1. Studi Literatur

Studi literatur dilakukan untuk mendapatkan referensi yang berhubungan dengan pengaruh suhu terhadap pembentukan kristal CaSO_4 dan menghambat pertumbuhan kristal kerak dengan menambahkan aditif asam sitrat.

2. Perancangan

Melakukan perancangan skema alat *closed circuit scale simulator*.

3. Pembuatan Alat

Membuat rangkaian alat *closed circuit scale simulator*.

4. Kalibrasi peralatan

Uji laboratorium dan analisa data.

5. Bimbingan

Bimbingan dilakukan penulis untuk konsultasi langsung mengenai permasalahan yang bersangkutan dengan laporan tugas akhir dengan pembimbing.

1.6 Sistematika Penulisan

Untuk memberikan gambaran mengenai isi laporan, penulis akan menguraikan susunannya yang secara garis besar terdiri dari lima bab.

Sistematika ini dibuat dengan tujuan agar mudah dipahami oleh semua pihak, dengan susunan sebagai berikut :

BAB I PENDAHULUAN, Bab ini berisi tentang latar belakang masalah, perumusan masalah, pembatasan masalah yang di bahas, manfaat dan tujuan, metodologi penulisan serta sistematika penulisan laporan tugas akhir. Pada latar belakang berisi uraian bahasan tentang kerak CaSO_4 .

BAB II LANDASAN TEORI, Bab ini berisi tentang uraian teori-teori tentang proses pembentukan kerak serta penjelasan tentang kerak CaSO_4 . Teori-teori ini diolah dari berbagai macam sumber antara lain : buku, jurnal-jurnal tentang kerak CaSO_4 , seminar, *resume*, dan lain-lain.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN, Bab ini berisi tentang diagram alir penelitian, konsep dari alat uji *closed circuit scale simulator* dan pembuatan desain alat *closed circuit scale simulator*, serta tata cara menganalisa data.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN, Bab ini berisi tentang hasil dan pembahasan berisikan tentang data yang diperoleh dari hasil pengujian serta cara pengolahannya menggunakan persamaan-persamaan yang telah dijabarkan pada bab 2 tinjauan pustaka untuk mengetahui uraian teori-teori tentang proses pembentukan kerak CaSO_4 serta hasil XRD.

BAB V PENUTUP, Bab ini berisi tentang kesimpulan dan saran dimana kesimpulan yang di ambil atau diperoleh dari hasil pengujian kerak CaSO_4 dan analisa yang telah diuraikan pada bab empat. Saran-saran bertujuan untuk memberikan masukan kepada penulis dan para praktisi yang berkecimpung di dunia pengerakan CaSO_4 agar dapat menghasilkan rancangan alat *closed circuit scale simulator* yang lebih efisien. Semua literatur yang digunakan selama pengujian dan penulisan laporan tugas akhir ini di daftarkan pada halaman daftar pustaka. Sedangkan hasil pengujian kerak CaSO_4 secara lengkap pada semua parameter pengujian akan dilampirkan pada lampiran.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Kerak

Kerak merupakan endapan yang terbentuk dari proses kristalisasi dan pengendapan mineral yang terkandung dalam suatu zat. Pembentukan kerak biasanya terjadi di bidang-bidang yang bersentuhan secara langsung dengan suatu fluida selama proses produksi, seperti alat penukar panas (*heat exchangers*), rangkaian pompa dalam sumur (*downhole pump*), pipa produksi, pipa selubung, pipa alir, serta peralatan produksi lainnya (Crabtree dkk, 1990).

Adanya endapan kerak pada komponen-komponen tersebut diatas, dapat menghambat aliran fluida baik dalam pipa maupun alat *heat exchangers*. Pada *heat exchangers*, endapan kerak akan mengganggu transfer panas sehingga menyebabkan panas akan semakin meningkat. Sedangkan pada pipa-pipa, hambatan aliran terjadi karena adanya penyempitan volume alir fluida serta penambahan kekasaran permukaan pipa bagian dalam, seperti yang terlihat pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1. Endapan kerak kalsium Sulfat (a) dalam Pipa (b) permukaan Heat exchangers (Crabtree dkk, 1990).

2.2. Pembentukan kerak

Faktor utama berpengaruh terhadap pembentukan, pertumbuhan Kristal serta pengendapan kerak antara lain adalah perubahan kondisi reservoir penurunan tekanan reservoir dan perubahan temperatur, pencampuran dua jenis air yang mempunyai susunan mineral tidak sesuai, adanya supersaturasi, penguapan akibat dari perubahan konsentrasi, pengadukan (agitasi, pengaruh dari turbulensi), waktu kontak antara padatan dengan permukaan media pengendapan serta perubahan pH air (Antony dkk, 2011).

Mekanisme pembentukan endapan kerak berkaitan erat dengan komposisi air di dalam formasi. Secara umum, air mengandung ion-ion terlarut, baik itu berupa kation (Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} dan Fe^{3+}), maupun anion (Cl^- , HCO_3^- , SO_4^{2-} dan CO_3^{2-}). Kation dan anion yang terlarut dalam air akan membentuk senyawa yang mengakibatkan terjadinya proses kelarutan. Kelarutan didefinisikan sebagai batassuatu zat yang dapat dilarutkan dalam zat pelarut pada kondisi fisik tertentu. Proses terlarutnya ion-ion dalam air formasi merupakan fungsi dari tekanan, temperatur serta waktu kontak antara air dengan media pembentukan (Ratna, 2011).

Proses terlarutnya ion-ion dalam air formasi merupakan fungsi dari tekanan, temperatur serta waktu kontak (*contact time*) antara air dengan media pembentukan. Air mempunyai batas kemampuan dalam menjaga senyawa ion-ion tersebut tetap dalam larutan, sehingga pada kondisitekanan dan temperatur tertentu, dimana harga kelarutan terlampaui, maka senyawa tersebut tidak akan terlarut lagi, melainkan terpisah dari pelarutnya dalam bentuk padatan (Ratna, 2011).

Dalam proses produksi, perubahan kelarutan terjadi seiring dengan penurunan tekanan dan perubahan temperatur selama produksi. Perubahan angka kelarutan pada tiap zat terlarut dalam air formasi akan menyebabkan terganggunya keseimbangan dalam air formasi, sehingga

akan terjadi reaksi kimia antara ion positif (kation) dan ion negatif (anion) dengan membentuk senyawa endapan yang berupa kristal (Ratna, 2011).

Dari penjelasan diatas, faktor yang mendukung pembentukan dan pengendapan kerak antara lain adalah sebagai berikut :

- Air mengandung ion-ion yang memiliki kecenderungan untuk membentuk senyawa-senyawa yang mempunyai angka kelarutan rendah.
- Adanya perubahan kondisi fisik atau komposisi air yang akan menurunkan kelarutan lebih rendah dari konsentrasi yang ada.
- Kenaikan temperatur akan menyebabkan terjadinya proses penguapan, sehingga akan terjadi perubahan kelarutan.
- Air formasi yang mempunyai derajat keasaman (pH) besar akan mempercepat terbentuknya endapan kerak.
- Pengendapan kerak akan meningkat dengan lamanya waktu kontak dan ini akan mengarah pada pembentukan kerak yang lebih padat dan keras.

Proses pembentukan kristal CaSO_4 dapat dikategorikan dalam tiga tahapan pokok, yaitu :

1. Tahap Pembentukan Inti (nukleasi)

Pada tahap ini ion-ion yang terkandung dalam suatu fluida akan mengalami reaksi kimia untuk membentuk inti kristal. Inti kristal yang terbentuk sangat halus sehingga tidak akan mengendap dalam proses aliran.

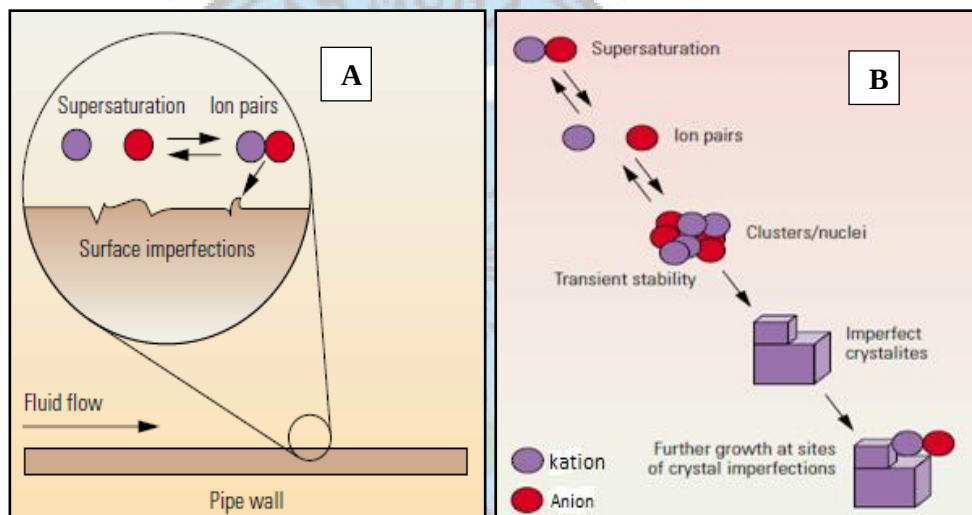
2. Tahap Pertumbuhan Inti

Pada tahap pertumbuhan inti kristal akan menarik molekul-molekul yang lain, sehingga inti akan tumbuh menjadi butiran yang lebih besar, dengan diameter 0,001 – 0,1 μ (ukuran koloid), kemudian tumbuh lagi sampai diameter 0,1 – 10 μ (kristal halus). Kristal akan mulai mengendap saat pertumbuhannya mencapai diameter > 10 μ (kristal kasar).

3. Tahap Pengendapan

Kecepatan pertumbuhan kristal dipengaruhi oleh ukuran dan berat jenis kristal yang membesar pada tahap sebelumnya. Selain itu proses pembentukan juga dipengaruhi oleh aliran fluida pembawa, dimana kristal akan mengendap apabila kecepatan pengendapan lebih besar dari kecepatan aliran fluida (Siswoyo dan Erna, 2005).

Sedangkan berdasarkan metode pembentukannya, pembentukan kristal dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu secara homogen (*homogeneous nucleation*) dan heterogen (*heterogeneous nucleation*) 9), seperti yang terlihat pada **gambar 2.2**



Gambar 2.2. Pertumbuhan dan pengendapan kerak (a) Homogen nucleation (b) Heterogeneous nucleation (Crabtree dkk, 1990).

2.3. Jenis kerak dan faktor yang mempengaruhi pembentukannya

Ion yang berbentuk padatan dan mempunyai kecenderungan untuk membentuk endapan kerak antara lain adalah kalsium Sulfat (CaCO_3), gipsum atau kalsium sulfat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dan barium sulfat (BaSO_4). Endapan kerak yang lain adalah stronsium sulfat (SrSO_4) yang mempunyai intensitas pembentukan rendah dan kalsium sulfat (CaSO_4), yang biasa terbentuk pada peralatan pemanas, yaitu *boilers* dan *heater traters*, serta kerak dengan komponen besi, seperti *iron carbonate* (FeCO_3), *iron sulfide*

(FeS) dan *iron oxide* (Fe₂O₃), seperti yang terlihat pada **Tabel 2.1** (Ratna, 2011).

Kerak dapat dikenali dengan mengklasifikasikannya berdasarkan komposisi yang membentuk kerak dan jenis pengendapannya. Berdasarkan komposisinya, cara umum kerak dibedakan menjadi kerak Sulfat, kerak sulfat, serta campuran dari keduanya. Sedangkan berdasarkan jenis pengendapannya, klasifikasi kerak dapat dilihat pada **Tabel 2.2** (Siswoyo dan Erna, 2005)

Tabel 2.1. Jenis komponen endapan kerak.

Chemical name	Chemical formula	Mineral name
Water soluble scale Natrium chloride	NaCl	Halite
Acid soluble scale Calcium carbonat Iron carbonat Iron sulfide Iron oxide Iron oxide Magnesium hydroxide	CaCO ₃ FeCO ₃ FeS ₇ Fe ₂ O ₃ Fe ₂ O ₄ Mg(OH) ₂	Calcite Siderite Trolite Hematite Magnetit Brucite
Acid insoluble scale Calcium sulfate Calcium sulfate	CaSO ₄ CaSO ₄	Anhydrate Gypsum

Tabel 2.2. Klafikasi pengendapan kerak

Jenis	Sifat Utama	Komponen	Reaksi kimia
Hard scale	Umunya berwarna terang, dan apabila terdapat pengotor (minyak atau oksida besi) akan menjadi agak gelap. Hampir tidak	BaSO ₄ , SrSO ₄ , CaSO ₄ , dan 2H ₂ O	$\text{BaCl}_2 + \text{NaSO}_4 \rightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{SrCl}_2 + \text{CaSO}_4 \rightarrow$

	larut dalam asam		$\text{SrSO}_4 \downarrow \text{CaCl}_2$
D Soft scale	Umunya terang atau agak gelap (jika mengandung pengotor) larutan dalam asam mengandung CO_2	CaCO_3 dengan kandungan MgCO_3 FeCO_3 SiO_2 CaSO_4 $2\text{H}_2\text{O}$ FeS dan S	Ca $(\text{HCO}_3)_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 \downarrow + \text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$
Misc	Tidak mudah larut dalam asam mengandung H_2S berwarna coklat tua sampai hitam	FeS , Fe_2O_3 , H_2O , S	$\text{Fe} + \text{H}_2\text{S} \rightarrow \text{FeS} \downarrow + \text{HFe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{S} \rightarrow 2\text{FeS} \downarrow$

Dari sekian banyak jenis kerak yang dapat terbentuk, hanya sebagian kecil yang seringkali dijumpai pada industri perminyakan. **Tabel 2.3** menunjukkan jenis-jenis kerak yang umum terdapat di lapangan.

Tabel 2.3. Endapan kerak yang umum terdapat di ladang minyak

Jenis kerak	Rumus kimia	Faktor yang berpengaruh
Kalsium Sulfat (kalsit)	CaCO_3	• Penurunan tekanan (Ca_2) • Perubahan temperatur • Kandungan garam terlarut • Perubahan keasamaan (pH)
Kalsium sulfat Gypsum (sering hemi-Hydrate anhydrite)	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ CaSO_4	• Perubahanm tekan dan temperatur • Kandungan garam terlarut
Barium sulfate Strontium sulfate	BaSO_4 SrSO_4	• Perubahanm tekan dan temperatur • Kandungan garam terlarut

Komponen besi	FeCO_3	• Korosi • Kandungan gas terlarut • Derajat keasaman (pH)
Besi Sulfat	FeS	
Sulfide besi	Fe(OH)_2	
Ferrous hydroxide	Fe(OH)_2	
Rerric hydroxide	Fe_2O_3	

2.4 Kristalisasi

Kristalisasi merupakan peristiwa pembentukan partikel-partikel zat padat dalam suatu fase homogen. Kristalisasi dari larutan dapat terjadi jika padatan terlarut dalam keadaan berlebih (diluar kesetimbangan), maka sistem akan mencapai kesetimbangan dengan cara mengkristalkan padatan terlarut (Dewi dan Ali, 2003). Kristalisasi senyawa dalam larutan langsung pada permukaan transfer panas dimana kerak terbentuk memerlukan tiga faktor simultan yaitu konsentrasi lewat jenuh (*supersaturation*), terbentuknya inti kristal dan waktu kontak yang memadai. Pada saat terjadi penguapan, kondisi jenuh (*saturation*) dan kondisi lewat jenuh (*supersaturation*) dicapai secara simultan melalui pemekatan larutan dan penurunan daya larut seimbang saat kenaikan suhu menjadi suhu penguapan.

Dalam keadaan larutan lewat jenuh beberapa molekul akan bergabung membentuk inti kristal. Inti kristal ini akan terlarut bila ukurannya lebih kecil dari ukuran partikel kritis (inti kritis), sementara itu kristal-kristal akan berkembang bila ukurannya lebih besar dari partikel kritis. Apabila ukuran inti kristal menjadi lebih besar dari inti kritis maka akan terjadi pertumbuhan kristal. Laju pertumbuhan kristal ditentukan oleh laju difusi zat terlarut pada permukaan kristal dan laju pengendapan zat terlarut pada kristal tersebut. Daya dorong difusi zat-zat terlarut adalah perbedaan antara konsentrasi zat-zat terlarut pada permukaan kristal dan pada larutan. Kristal-kristal yang telah terbentuk mempunyai muatan ion lebih rendah dan cenderung untuk menggumpal sehingga terbentuklah kerak (Lestari, 2008).

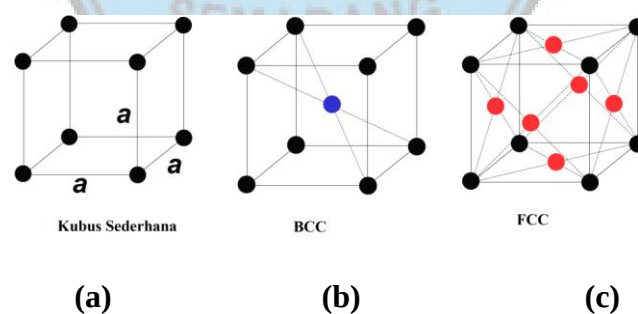
2.4.1 Sistem Kristal

Sistem kristal dapat dibagi ke dalam 7 sistem kristal. Adapun ke tujuh sistem kristal tersebut adalah kubus, *tetragonal*, *ortorombik*, *heksagonal*, *trigonal*, *monoklin*, dan *triklin*.

2.4.1.1 Sistem Kristal Kubus

Sistem kristal kubus memiliki panjang rusuk yang sama ($a = b = c$) serta memiliki sudut ($\alpha = \beta = \gamma$) sebesar 90° . Sistem kristal kubus ini dapat dibagi ke dalam 3 bentuk yaitu kubus sederhana (*simple cubic/ SC*), kubus berpusat badan (*body-centered cubic/ BCC*) dan kubus berpusat muka (*Face-centered Cubic/ FCC*).

Berikut bentuk dari ketiga jenis kubus yaitu pada kubus sederhana masing-masing terdapat satu atom pada semua sudut (pojok) kubus, pada kubus BCC masing-masing terdapat satu atom pada semua pojok kubus, dan terdapat satu atom pada pusat kubus (yang ditunjukkan dengan atom warna biru). Pada kubus FCC selain terdapat masing-masing satu atom pada semua pojok kubus, juga terdapat atom pada diagonal dari masing-masing sisi kubus (yang ditunjukkan dengan atom warna merah) seperti pada **Gambar 2.3**.

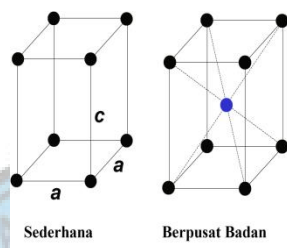


Gambar 2.3 Sistem Kristal Kubus

2.4.1.2 Sistem Kristal *Tetragonal*

Pada sistem kristal *tetragonal* dua rusuknya yang memiliki panjang sama ($a = b \neq c$) dan semua sudut ($\alpha = \beta = \gamma$) sebesar 90° . Pada sistem kristal *tetragonal* ini hanya memiliki dua bentuk yaitu sederhana dan

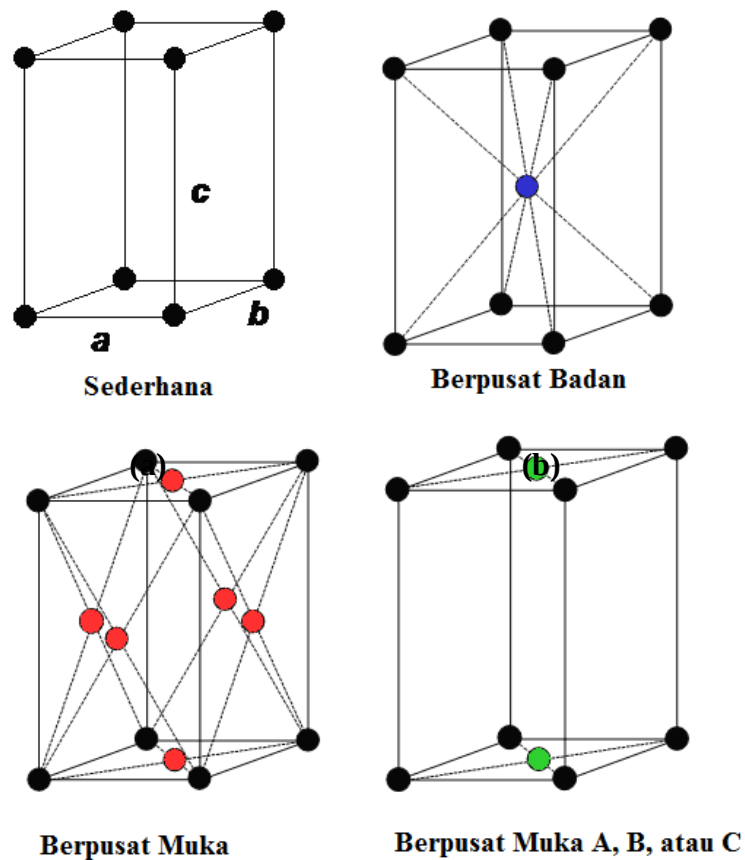
berpusat badan. Pada bentuk *tetragonal* sederhana mirip dengan kubus sederhana dimana masing-masing terdapat satu atom pada semua sudut (pojok) *tetragonal*. Sedangkan pada berpusat badan mirip pula dengan kubus berpusat badan yaitu memiliki 1 atom pada pusat *tetragonal* (ditunjukkan pada atom warna biru), dan atom lainnya berada pada pojok (sudut) *tetragonal* seperti pada **Gambar 2.4**.



Gambar 2.4. Sistem Kristal Tetragonal
(Sumber : [http _www.rolanrusli.com](http://www.rolanrusli.com))

2.4.1.3 Sistem Kristal *Ortorombik*

Sistem kristal *ortorombik* terdiri atas 4 bentuk yaitu : *ortorombik* sederhana, *body center* (berpusat badan) yang ditunjukkan atom dengan warna merah, berpusat muka (yang ditunjukkan atom dengan warna biru), dan berpusat muka pada dua sisi *ortorombik* (yang ditunjukkan atom dengan warna hijau). Panjang rusuk dari sistem kristal *ortorombik* ini berbeda-beda ($a \neq b \neq c$), dan memiliki sudut yang sama ($\alpha = \beta = \gamma$) yaitu sebesar 90° . Gambar sistem kristal *ortorombik* dapat dilihat pada **Gambar 2.5**.



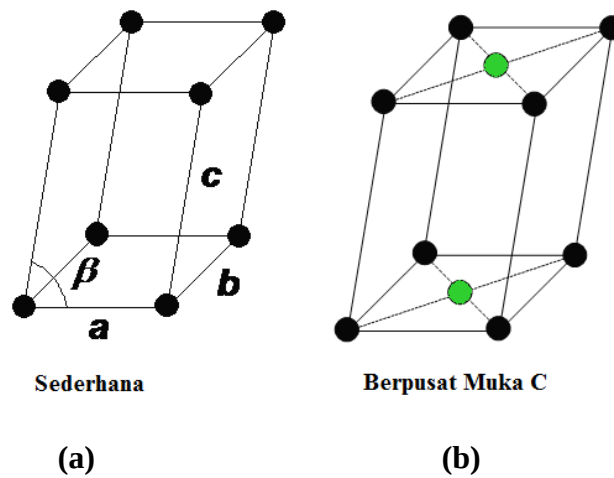
(c)

(d)

Gambar 2.5 Sistem Kristal Ortorombik
(Sumber : <http://www.rolanrusli.com>)

2.4.1.4 Sistem Kristal Monoklin

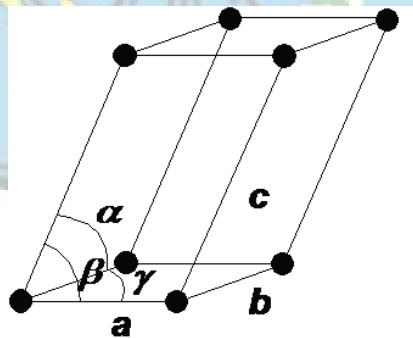
Sistem kristal *monoklin* terdiri atas 2 bentuk yaitu : *monoklin* sederhana dan berpusat muka pada dua sisi *monoklin* (yang ditunjukkan atom dengan warna hijau) seperti pada **Gambar 2.6**. Sistem kristal *monoklin* ini memiliki panjang rusuk yang berbeda-beda ($a \neq b \neq c$), serta sudut $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta \neq 90^\circ$.



Gambar 2.6 Sistem Kristal *Monoklin*
(Sumber : [http _www.rolanrusli.com](http://www.rolanrusli.com))

2.4.1.5 Sistem Kristal *Triklin*

Pada sistem kristal *triklin*, hanya terdapat satu orientasi. Sistem kristal ini memiliki panjang rusuk yang berbeda ($a \neq b \neq c$), serta memiliki besar sudut yang berbeda-beda pula yaitu $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$. Sistem kristal *triklin* dapat dilihat pada **Gambar 2.7**.

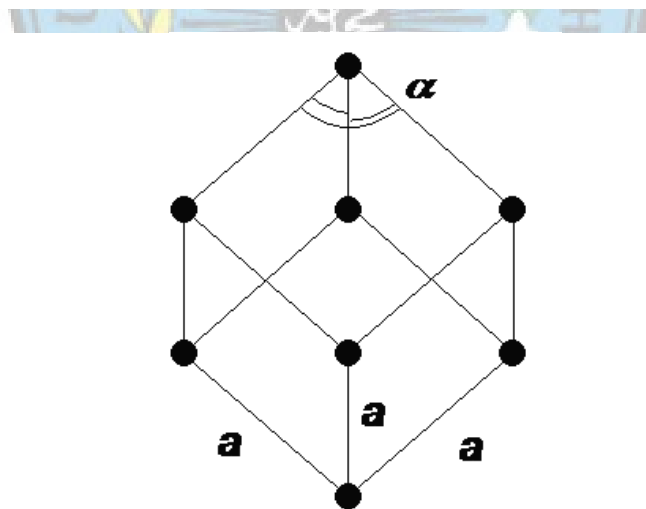


Gambar 2.7 Sistem Kristal *Triklin*
(Sumber : [http _www.rolanrusli.com](http://www.rolanrusli.com))

2.4.1.6 Sistem Kristal *Rhombohedral* atau *Trigonal*

Jika kita membaca beberapa referensi luar, sistem ini mempunyai nama lain yaitu Rhombohedral, selain itu beberapa ahli memasukkan sistem ini kedalam sistem kristal Hexagonal. Demikian pula cara penggambarannya juga sama. Perbedaannya, bila pada sistem Trigonal setelah terbentuk bidang dasar, yang terbentuk segienam, kemudian dibentuk segitiga dengan menghubungkan dua titik sudut yang melewati satu titik sudutnya.

Pada kondisi sebenarnya, Trigonal memiliki axial ratio (perbandingan sumbu) $a = b = d \neq c$, yang artinya panjang sumbu a sama dengan sumbu b dan sama dengan sumbu d , tapi tidak sama dengan sumbu c . Dan juga memiliki sudut kristalografi $\alpha = \beta = 90^\circ$; $\gamma = 120^\circ$. Hal ini berarti, pada sistem ini, sudut α dan β saling tegak lurus dan membentuk sudut 120° terhadap sumbu γ .



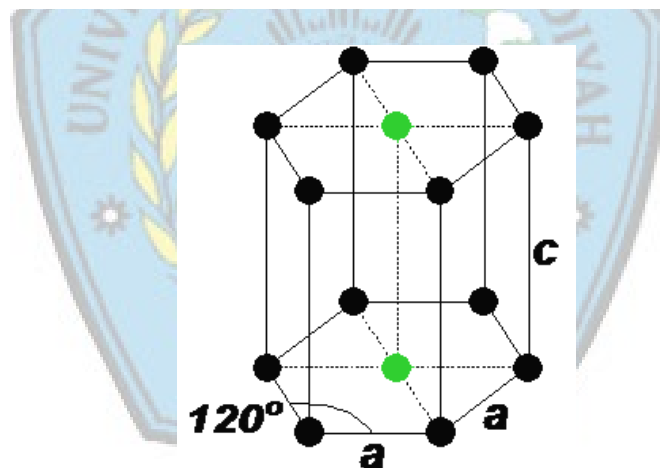
Gambar 2.8 Sistem Kristal *Rhombohedral* atau *Trigonal*
(Sumber : <http://www.rolanrusli.com>)

Pada penggambaran dengan menggunakan proyeksi ortogonal, sistem kristal Trigonal memiliki perbandingan sumbu $a : b : c = 1 : 3 : 6$. Artinya, pada sumbu a ditarik garis dengan nilai 1, pada sumbu b ditarik garis dengan nilai 3, dan sumbu c ditarik garis dengan nilai 6 (nilai bukan

patokan, hanya perbandingan). Dan sudut antar sumbunya $a^+b^- = 20^\circ$; $d^-b^+ = 40^\circ$. Hal ini menjelaskan bahwa antara sumbu a^+ memiliki nilai 20° terhadap sumbu b^- dan sumbu d^- membentuk sudut 40° terhadap sumbu b^+ .

2.4.1.7 Sistem Kristal *Heksagonal*

Pada sistem kristal ini sesuai dengan namanya *heksagonal* (*heksa* = enam), maka sistem ini memiliki 6 sisi yang sama. Sistem kristal ini memiliki dua nilai sudut yaitu 90° dan 120° ($\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$), sedangkan panjang rusuk-rusuknya adalah $a = b \neq c$. Semua atom berada pada sudut-sudut (pojok) *heksagonal* dan terdapat masing-masing atom berpusat muka pada dua sisi *heksagonal* (yang ditunjukkan atom dengan warna hijau) seperti pada **Gambar 2.9**.



Gambar 2.9. Sistem Kristal *Heksagonal*
(Sumber : <http://www.rolanrusli.com>)

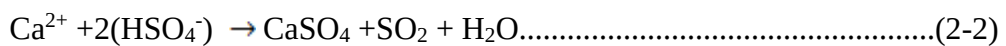
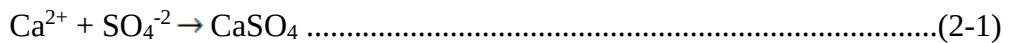
Secara keseluruhan, dapat dilihat pada **Tabel 2.4**.

Tabel 2.4 Tabel Sistem Kristalisasi

No.	Sistem Kristal	Kisi Bravais	Panjang rusuk	Besar sudut-sudut
1.	Kubus	- Sederhana - Berpusat badan - Berpusat muka	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
2.	<i>Tetragonal</i>	- Sederhana - Berpusat Badan	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
3.	<i>Ortorombik</i>	- Sederhana - Berpusat badan - Berpusat muka - Berpusat muka A, B, atau C	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
4.	<i>Monoklin</i>	- Sederhana - Berpusat muka C	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ, \beta \neq 90^\circ$
5.	<i>Triklin</i>	Sederhana	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
6.	<i>Rombohedral</i> atau <i>Trigonal</i>	Sederhana	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
7.	<i>Heksagonal</i>	Sederhana	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
Total	7 Sistem Kristal	14 Kisi Bravais		

2.5 Kerak kalsium Sulfate

Kerak kalsium Sulfat merupakan endapan senyawa CaSO_4 (kalsit) yang terbentuk dari hasil reaksi antara ion kalsium (Ca^{2+}) dengan ion Sulfat (SO_4^{2-}) ataupun dengan ion biSulfat (HSO_4^-), dengan reaksi pembentukan sebagaiberikut :



Faktor ataupun kondisi yang mempengaruhi pembentukan kerak kalsium sulfat antara lain adalah perubahan kondisi reservoir (tekanan dan temperatur), alkalinitas air, serta kandungan garam terlarut, dimana kecenderungan terbentuknya kerak kalsium sulfat akan meningkat dengan:

- meningkatnya temperatur
- penurunan tekanan parsial CO_2
- peningkatan pH
- laju alir
- penurunan kandungan gas terlarut secara keseluruhan

Selain hal-hal yang telah disebutkan diatas, turbulensi aliran dan lamanya waktu kontak (*contact time*) juga berpengaruh terhadap kecepatan pengendapan dan tingkat kekerasan kristal yang terbentuk (Antony dkk, 2011).

2.6 Pengaruh Temperatur Terhadap Pembentukan Kerak

Kelarutan kalsium Sulfat akan semakin berkurang dengan bertambahnya temperatur, sehingga semakin besar temperatur air maka tingkat kecenderungan terbentuknya kerak CaSO_4 akan semakin besar. Pengaruh tersebut dapat terjadi karena kenaikan temperatur air akan menyebabkan adanya penguapan sehingga jumlah dalam air akan berkurang, sehingga berdasarkan reaksi pada (2-5) maka reaksi akan bergeser ke arah kanan dan *scale* kalsium sulfat akan terbentuk (Siswoyo dan Erna, 2005). Fenomena ini dapat digunakan untuk menjelaskan terbentuknya kerak pada formasi sumur-sumur injeksi yang mempunyai

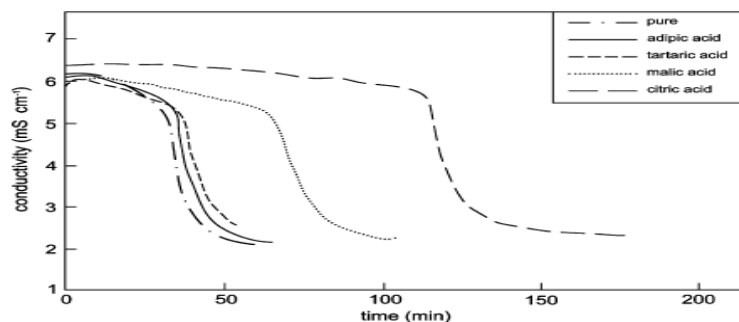
tekanan dasar sumur yang cukup tinggi, serta kerak yang terjadi pada dinding tabung alat pemanas.

2.7. Waktu induksi

Waktu induksi adalah waktu yang dibutuhkan oleh ion dalam larutan untuk bereaksi sehingga membentuk inti kristal yang pertama kali (isopecus dkk,2009). Semakin kecil waktu induksi berarti semakin cepat inti kristal terbentuk, sebaliknya bila semakin besar berarti semakin lama inti kristal terbentuk. Inti kristal selanjutnya menjadi pusat-pusat pertumbuhan kerak sehingga semakin banyak inti yang terjadi akan semakin banyak jumlah kerak yang terbentuk. Ini berarti bahwa bila waktu induksi kecil maka jumlah kerak yang terbentuk akan semakin banyak (Ma'mun dkk,2013)

Untuk mendapatkan waktu induksi digunakan pendekatan tertentu agar mudah untuk diamati. Pada umumnya waktu induksi didekati dengan melihat nilai konduktivitas larutan dimana bila terjadi penurunan nilai konduktivitas yang signifikan maka hal ini memberikan isyarat bahwa ion-ion mulai bereaksi membentuk inti kristal. Dari grafik didapatkan waktu induksi yaitu ditandai dengan perubahan garis yang signifikan (Sediono dkk,2011).

Sebelum terjadi pengintian garis mempunyai kecenderungan mendatar, setelah terjadi pengintian maka garis akan menurun cukup tajam. Singh dan Middendorf (2007) dalam pengkajiannya menyajikan sebuah diagram tentang hubungan antara konduktivitas dan waktu sebagai berikut :

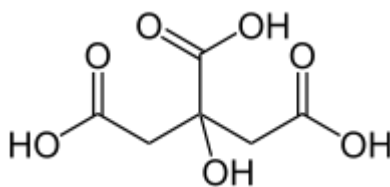


Gambar 2.10 Waktu induksi tanpa aditif dan dengan penambahan beberapa aditif terhadap pembentukan kerak gipsum (Singh, N, B.Middendorf, 2007)

2.8 Penambahan aditif asam sitrat

Penggunaan aditif untuk zat yang sangat kompleks, sangat penting dalam menyesuaikan kebiasaan kristal serta kemurniannya, ketika pada konsentrasi rendah maka akan mempengaruhi kinetik *nucleation* dan pertumbuhan kristal. Hal ini diasumsikan bahwa aditif berfungsi untuk menghambat pertumbuhan kristal dengan cara memperlambat laju pertumbuhan kristal, meningkatkan nukleasi heterogen, mengendalikan dan menstabilkan endapan *polymorph*. Hal ini mempengaruhi jumlah aditif pada pengendapan garam yang berkaitan dengan adsorpsi pada permukaan. Salah satu cara untuk mencegah terjadinya kerak yaitu dengan menjaga anion-kation pembentuk kerak tetap berada dalam larutannya. *Scale inhibitor* merupakan suatu bahan kimia yang berfungsi menjaga anion-kation pembentuk kerak tetap berada dalam larutannya, sehingga diharapkan tidak terjadi pengendapan (Reddy dan Hoch,2010).

Penelitian yang dilakukan Martinod dkk (2007) menunjukkan bahwa polymaleic acid dengan konsentrasi 4 ppm mampu mengurangi pembentukan kerak CaSO_4 pada proses pengintian dan pertumbuhannya. Chen dkk (2004) melaporkan bahwa penambahan aditif mampu menekan terbentuknya vaterite sehingga kerak yang mendominasi berupa calcite. Penyerapan aditif terlihat pada kristal dan menyebabkan peningkatan kekasaran pada permukaan kristal dan distorsi pada kristal.



Gambar 2.11. Rumus Struktur Asam Sitrat



BAB 3

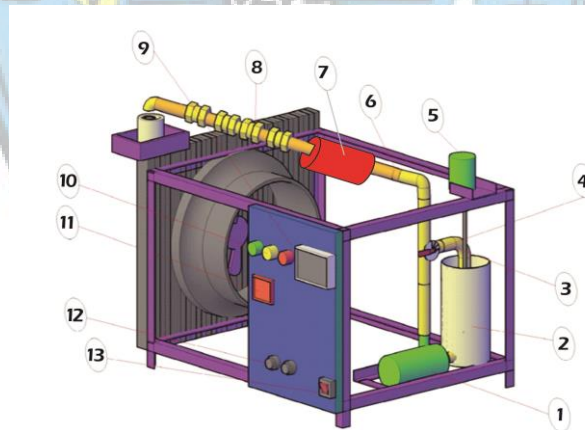
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi:

- Larutan Na_2SO_4 dengan konsentrasi Ca^{+2} 3000 ppm dibuat dengan melarutkan kristal Na_2SO_4 (*Natrium Carboant*) grade : analitik
- Larutan CaCl_2 dengan konsentrasi Ca^{+2} 3000 ppm dibuat dengan melarutkan kristal CaCl_2 (*Calcium Chloride Dihydrad*) grade : analitik
- Asam Sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) sebagai aditif dengan konsentrasi 20 ppm.
- Aquades

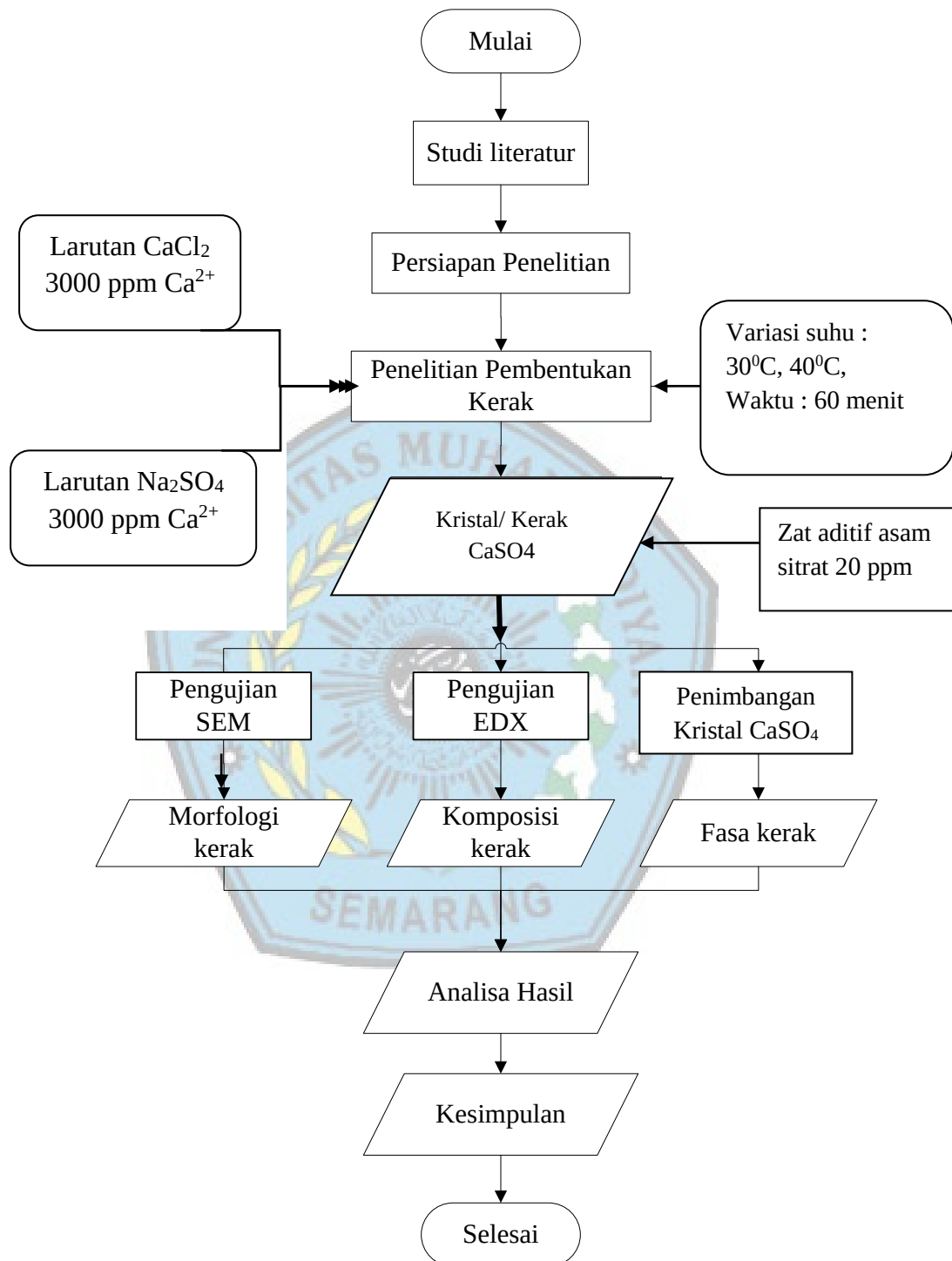
3.2. Alat Penelitian



Gambar : 3.1 Desain *prototype Closed Circuit Scale Simulator*

- | | |
|-------------------------|-----------------------------|
| 1) Pompa iwaki magnetic | 9) Grafik Panel |
| 2) Bak penampung | 10) Lampu Indikator |
| 3) <i>Bypass</i> | 11) Temperatur Kontrol |
| 4) Kran | 12) Saklar Heater dan Kipas |
| 5) Pengaduk | 13) Saklar Pompa |
| 6) Pipa | |
| 7) heater | |
| 8) kipas | |

3.3. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.2. Diagram Alir Penelitian

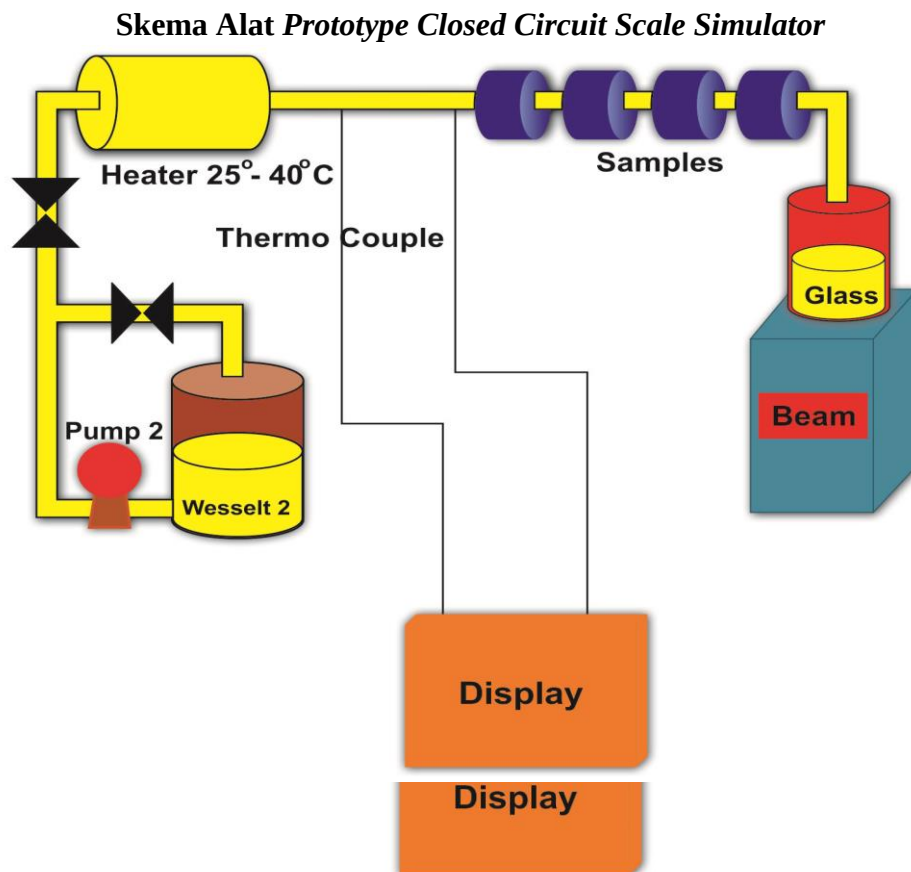
3.4 Langkah Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji pembentukan kerak pada pipa beraliran laminar dengan melalui tahapan tahapan sebagai berikut ini :

3.4.1. Alat Eksperimen Pembentukan kerak

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat yang di rancang sendiri oleh peneliti terdahulu. Alat tersebut terdiri dari empat buah bejana yaitu dua bejana dibawah (1,2) dengan kapasitas 6 liter dan dua bejana diatas (3, 4) dengan kapasitas 0,8 liter. Kegunaan bejana tersebut adalah untuk menampung larutan CaCl_2 pada bejana 1 dan 3 dan larutan Na_2SO_4 pada bejana 2 dan 4. Pada alat tersebut dipasang dua buah pompa yang digunakan untuk memompa larutan CaCl_2 dari bejana 1 ke bejana 3 dan larutan Na_2SO_4 dari bejana 2 ke bejana 4. Permukaan larutan pada bejana 3 dan 4 dijaga agar keduanya mempunyai ketinggian yang sama dan dapat diatur naik atau turun guna mendapatkan perbedaan ketinggian permukaan dengan pengeluaran akhir dari rumah kupon sehingga dapat digunakan untuk mengatur laju aliran.

Larutan yang berada didalam bejana 3 dan 4 kemudian secara bersamaan dialirkan menuju kupon, selanjutnya larutan tersebut mengalir dan masuk kedalam bejana penampungan yang kemudian dibuang sebagai limbah. Didalam kupon-kupon larutan CaCl_2 dan Na_2SO_4 bereaksi sehingga membentuk kerak. Kerak tersebut mengendap pada dinding-dinding kupon yang disebut sebagai kerak CaSO_4 .



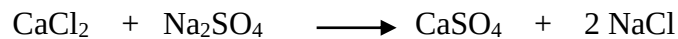
Gambar : 3.3 Skema *Closed Circuit Scale Simulator*

3.4.2 Pengujian Alat

Pengujian alat meliputi kecepatan aliran meninggalkan kupon tepat sesuai desain yaitu 30 ml/menit. Pengujian dilakukan dengan cara trial and error sebanyak sepuluh kali dengan mengatur harga Δh yaitu selisih ketinggian antara permukaan larutan pada bejana 3 dan 4 terhadap saluran pembuangan limbah atau pengeluaran aliran pada akhir kupon setelah itu dihitung standar deviasinya. Dengan demikian alat yang dibuat mempunyai laju alir yang stabil 30 ml/menit.

3.4.3 Pembuatan Larutan CaCl_2 , Na_2SO_4 dan Asam Sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) Sebagai Aditif

Pembentukan kerak CaSO_4 pada penelitian ini dapat dilihat pada reaksi kimia larutan CaCl_2 dengan Na_2CO_3 dibawah ini



Untuk membuat larutan CaCl_2 dengan Na_2SO_4 pertama-tama dilakukan perhitungan konsentrasi kalsium yang direncanakan yaitu 3000 ppm Ca^{2+} dengan laju alir sebesar 30 ml/menit. Perhitungan pembuatan larutan diambil konsentrasi larutan 3000 ppm Ca^{2+} .

Cara perhitungan kebutuhan zat dan larutan untuk percobaan dengan laju alir 30 ml/menit.

Waktu percobaan	= 1 jam
Laju alir larutan	= 30 ml/menit
Volume larutan yang dibutuhkan (4x60x 25ml)	= 6000 ml
Volume larutan CaCl_2 3000 ppm Ca^{2+}	= 3000 ml
Volume larutan Na_2SO_4 3000 ppm Ca^{2+}	= 3000 ml
Volume larutan asam sitrat 20 ppm	= 1000 ml

Setiap percobaan ada sisa larutan masing - masing ditabung atas sebanyak 800 ml maka untuk memudahkan pembuatan larutan, kedua jenis larutan tersebut masing-masing disiapkan sebanyak 4000 ml sehingga jumlah larutan yang dibutuhkan adalah :

Volume larutan CaCl_2 yang disiapkan	= 4000 ml
Volume larutan Na_2SO_4 yang disiapkan	= 4000 ml

Kedua larutan dibuat secara terpisah dengan cara melarutkan *aquades* dengan kristal CaCl_2 dan Na_2SO_3 .

Perhitungan kebutuhan larutan untuk laju alir 30 ml/menit

Berat molekul (BM) CaCl_2 = 110,98 g/mol

Berat Atom (BA) Ca = 40

Berat molekul (BM) Na_2SO_4 = 105,99 g/mol

3000 ppm Ca^{2+} = 3000 mg/ liter

Untuk volume 4000 ml atau 4 liter, kebutuhan Ca^{2+} adalah

$3000 \text{ mg/liter} \times 4 \text{ lt} = 12.000 \text{ mg}$ = 12 gram

Sehingga CaCl_2 yang dibutuhkan adalah

$(110,98 / 40) \times 12 \text{ gram} = 33,294 \text{ gram}$

Berat atom (BA) Ca = 40 maka $12 / 40 = 0,3 \text{ mol}$

Karena equimolar maka kristal Na_2SO_4 yang dibutuhkan adalah

$0,3 \times 142,01 = 42,603 \text{ gram}$

Untuk kebutuhan asam sitrat 20 ppm adalah sebagai berikut

20 ppm = 20 mg /liter

Kebutuhan asam tartrat 10 ppm dalam 8 liter larutan adalah

$20 \text{ mg/lt} \times 8 \text{ lt} = 160 \text{ mg}$

Jadi jumlah kebutuhan asam sitrat 20 ppm dalam 8 liter adalah 0.16 gram

Dari hasil perhitungan seluruhnya dapat dimasukkan dalam tabel sehingga mudah untuk dijadikan pedoman pada saat pembuatan larutan. Setelah semua perhitungan yang diperlukan untuk pembuatan larutan selesai maka dilanjutkan untuk persiapan pembuatan larutan tersebut. Bahan dan peralatan yang diperlukan dalam pembuatan larutan adalah *aquades*, kristal CaCl_2 , kristal Na_2SO_4 , kristal asam sitrat, timbangan analitik, gelas ukur, labu takar, pengaduk dan kertas saring.

Pembuatan larutan dimulai dengan menimbang kristal CaCl_2 dan kristal Na_2SO_4 sesuai dengan hasil perhitungan. Langkah selanjutnya adalah memasukkan *aquades* sebanyak satu liter dan kristal CaCl_2 kedalam bejana kemudian diaduk dan dilanjutkan lagi dengan memasukkan *aquades* kedalam bejana hingga volumenya mencapai lima liter dan diaduk lagi sampai merata. Setelah larutan tercampur merata maka dilakukan penyaringan dengan kertas saring 0,22 μm . Sebelum digunakan larutan disimpan dalam bejana tertutup agar terhindar dari debu.

Pembuatan larutan Na_2SO_3 dilakukan dengan cara yang sama seperti pada pembuatan larutan CaCl_2 . Sedangkan untuk pembuatan aditif asam tartrat dilakukan dengan cara menimbang kristal asam sitrat sesuai dengan hasil perhitungan dan ditambahkan sampai *aquades* sampai volumenya mencapai 1 liter.

Pembentukan kalsium Sulfat: $\text{CaCl}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CaSO}_4 + 2\text{NaCl}$. Untuk membuat larutan CaCl_2 dan Na_2SO_3 , dilakukan perhitungan konsentrasi larutan dengan laju alir 30 ml/menit.

3.4.4 Persiapan Pipa Uji

Jenis kupon yang digunakan pada penelitian ini adalah jenis kupon yang terbuat dari pipa kuningan (*seamless brass tube*) dengan kadar tembaga antara 60-90%. Kupon adalah komponen yang dipasang pada sistem aliran yang diharapkan disitulah akan terjadi pengendapan kerak kalsium Sulfat. Kupon berbentuk pipa yang selanjutnya dikerjakan melalui proses permesinan menjadi bentuk pipa.



Gambar 3.4. Kupon

Jumlah kupon ada lima dipasang dari bawah ke atas masuk ke rumah kupon. dimensi kupon adalah; panjang 31 mm diameter luar 20 mm dan diameter dalam 13 mm. Sebelum dipasang pada rumahnya terlebih dahulu kupon dipoles hingga permukaan bagian dalam menjadi kasar dan di ukur kekasarannya. Selanjutnya dicelupkan ke dalam cairan HCl selama 3 menit kemudian dibilas dengan air bersih dan terakhir dibilas dengan aquades. Setelah itu dikeringkan memakai hairdryer, dengan demikian kupon siap dipasang pada rumah kupon.

3.5 Pengambilan Data

Pengambilan data (percobaan) dilakukan dengan variasi suhu (30°C dan 40°C) dan aditif asam sitrat 20 ppm.. Larutan Na₂SO₄ dan CaCl₂ masing-masing sebanyak lima liter dimasukkan masing-masing ke dalam bejana 1 dan bejana 2. Setelah itu pompa dihidupkan dan larutan naik mengisi sampai batas atas bejana 3 dan bejana 4, kemudian pompa dimatikan. Beberapa saat kemudian pompa dihidupkan kembali dan larutan mulai mengisi kupon, dengan demikian percobaan telah dimulai. Pencatatan waktu pada saat yang sama juga diaktifkan dimana setiap dua menit sekali perlu dilakukan pengukuran terhadap konduktivitas larutan. Untuk melakukan pengukuran konduktivitas larutan, larutan yang keluar dari kupon ditampung pada bejana kecil yang terbuat dari plastik dan sesegera mungkin elektroda conductivitymeter dimasukkan.

Conductivitymeter akan mengukur nilai konduktivitas larutan (pembacaan digital mulai berjalan dari nol kemudian naik sampai akhirnya berhenti). Angka yang terakhir inilah yang dicatat, dan seterusnya dilakukan berulang-ulang setiap dua menit. Setelah empat jam, pompa dihentikan dan saluran menuju kupon dilepas. Satu jam kemudian kupon diambil dari rumah kupon dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C selama dua belas jam. Penimbangan massa kerak dilakukan pada waktu kerak masih menempel pada kupon. Selanjutnya selisih massa kupon dengan kerak dikurangi massa kupon tanpa kerak adalah massa kerak itu sendiri.

3.6 Pengujian SEM, Microanalyzer (EDX) dan XRD

Pengujian SEM dan EDX Microanalyzer bisa dilakukan pada instrumen yaitu dengan menggunakan perangkat SEM- EDX. Pengujian SEM dilakukan untuk mengkaji morfologi kristal sedangkan pengujian microalyser bertujuan untuk mengetahui komposisi kristal. Pada pengujian ini yang dilakukan terdahulu adalah langkah persiapan yaitu pemberian nomor pada spesimen dan pelapisan spesimen dengan AuPd (*Aurum Paladium*). Pada proses ini spesimen diletakkan padaudukan sesuai dengan nomor identifikasi dan selanjutnya dimasukkan kedalam mesin *Sputter Coater*. Setelah spesimen dimasukkan kedalam tabung kaca pada *Sputter Coater* dilakukan penghisapan udara yang berada dalam ruang kaca sehingga udara di dalam tabung habis dan dilanjutkan dengan pengisian gas argon kedalam tabung kaca. Setelah itu barulah dilakukan coating AuPd terhadap spesimen di dalam tersebut.

Langkah berikutnya spesimen dimasukkan ke dalam SEM sesuai dengan nomor identifikasi pengambilan fokus. Selanjutnya dilakukan penghisapan udara pada alat tersebut sehingga terjadi kevakuman, Kemudian dilakukan pengambilan gambar, pengaturan resolusi dan ukuran pembesaran dikendalikan melalui *software* yang secara langsung terbaca pada monitor SEM. Setelah mendapatkan hasil pengujian SEM seperti yang diharapkan maka dilanjutkan untuk mengkaji struktur mikro dengan menggunakan alat *microanalyser* dimana perangkat keras dan *software* telah dipasang integrated dalam alat SEM sehingga tidak perlu melepas atau memindahkan spesimen, dengan mengambil luasan tertentu yang akan dilakukan analisa instrument hanya memerlukan waktu yang lama untuk mengetahui komposisi kristal baik dalam prosentase berat maupun atom.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

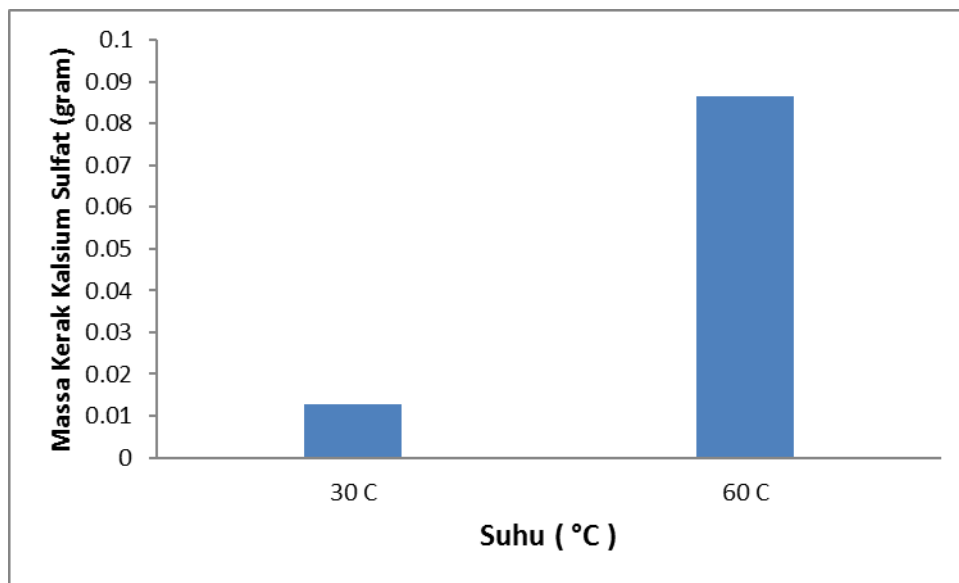
4.1 Pengaruh Suhu Terhadap Massa Kerak CaSO_4

Penelitian mengenai pengaruh suhu terhadap massa kerak kalsium sulfat dilakukan untuk mengetahui seberapa besar pengaruh suhu terhadap pembentukan massa kerak kalsium sulfat. Suhu yang digunakan dalam penelitian ini adalah 30°C dan 50°C . Hasil variasi suhu tersebut kemudian dilakukan penimbangan. Pengaruh suhu terhadap massa kerak kalsium sulfat ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Pengaruh Suhu Terhadap Massa Kerak Kalsium Sulfat

No	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Berat Sebelum (gram)	Berat Sesudah (gram)	Berat Kerak Kalsium Sulfat (gram)
1	30	3.1580	3.1707	0.0127
2	50	3.1640	3.2505	0.0865

Dari Tabel 4.1 dapat dibuat Grafik hubungan suhu terhadap massa kerak. Hubungan suhu dengan massa kerak kalsium sulfat yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Grafik hubungan antara Suhu dengan Massa Kerak kalsium sulfat

Pada Gambar 4.1, menunjukkan bahwa pada kondisi suhu 60⁰C, massa kerak kalsium sulfat yang terbentuk lebih banyak dibandingkan dengan kondisi pada suhu 30⁰C. Ini menunjukkan pada kondisi suhu 60⁰C, reaksi antara reaktan CaCl_2 dan Na_2SO_4 berjalan lebih cepat dibanding pada kondisi suhu 30⁰C. Semakin tinggi suhu dalam suatu reaksi akan memberikan tekanan yang kuat, tumbukan antara molekul reaktan CaCl_2 dan Na_2SO_4 akan semakin banyak, sehingga kecepatan reaksi akan meningkat.

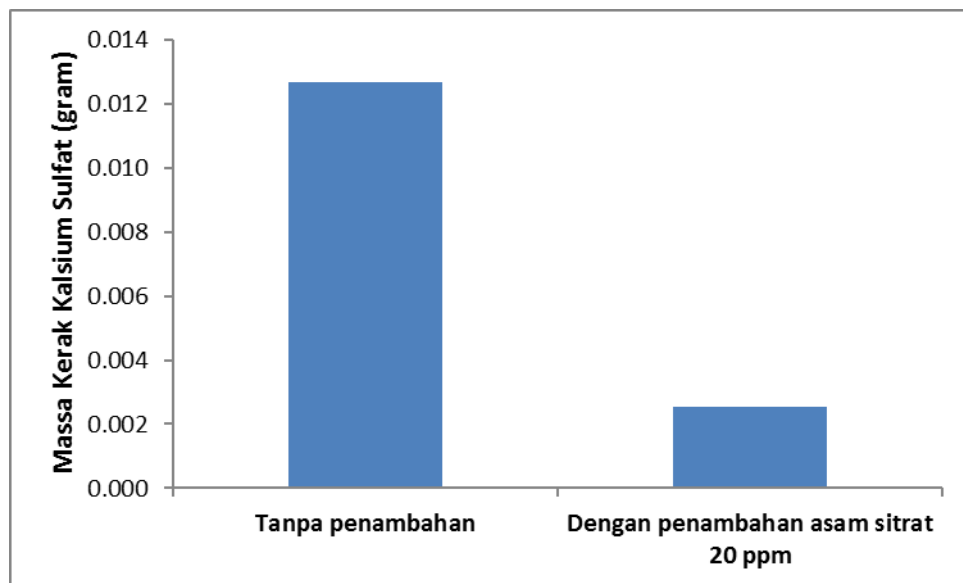
4.2 Pengaruh Zat Aditif Asam Sitrat 20 ppm Terhadap Massa Kerak Kalsium Sulfat.

Zat Aditif ditambahkan dalam proses pembentukan kerak dilakukan dengan tujuan untuk menghambat pertumbuhan kerak. Zat aditif yang ditambahkan dalam penelitian ini adalah asam sitrat 20 ppm. Asam sitrat dipilih sebagai aditif untuk menghambat pertumbuhan kerak karena asam sitrat merupakan asam lemah yang aman untuk lingkungan tetapi memiliki daya hambat yang kuat terhadap pembentukan kerak. Penelitian dilakukan dengan membandingkan tanpa penambahan zat aditif dan penambahan zat aditif asam sitrat 20 ppm. Pengaruh penambahan zat aditif terhadap massa kerak kalsium sulfat ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Pengaruh aditif asam sitrat 20 ppm terhadap massa kerak CaSO_4

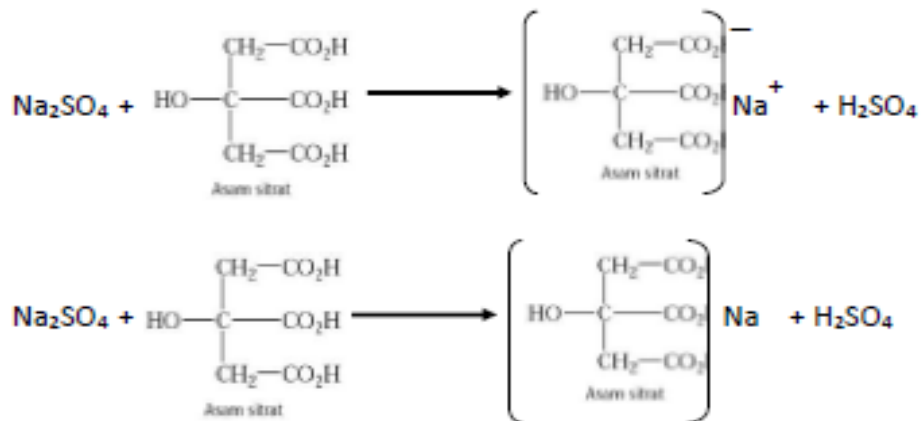
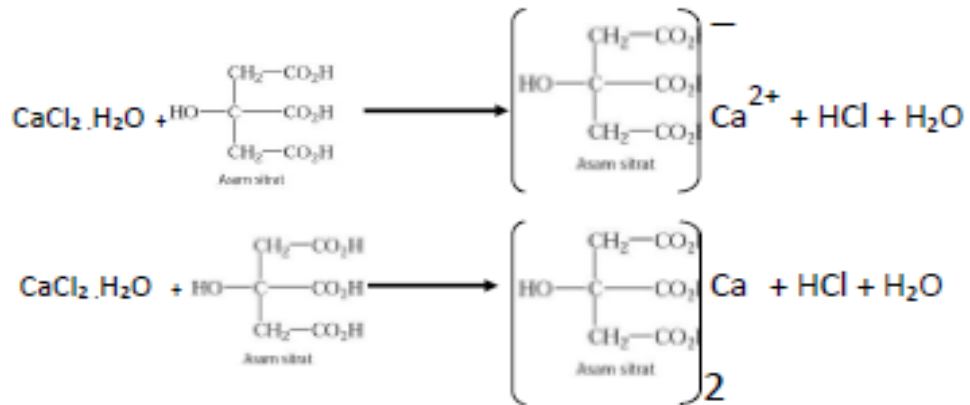
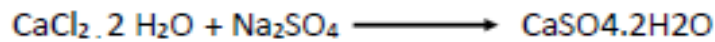
No	Perlakuan	Berat Sebelum (gram)	Berat Sesudah (gram)	Berat Kerak CaSO_4 (gram)
1	Tanpa penambahan	3.1580	3.1707	0.0127
2	Dengan penambahan asam sitrat 20 ppm	3.1582	3.1607	0.00254

Dari Tabel 4.2 dapat dibuat Grafik hubungan zat aditif asam sitrat 20 ppm terhadap massa kerak. Hubungan zat aditif dengan massa kerak kalsium sulfat yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Grafik hubungan pengaruh zat aditif asam sitrat 20 ppm terhadap massa kerak kalsium sulfat

Pada Gambar 4.2, menunjukkan bahwa pada penambahan zat aditif asam sitrat 20 ppm, massa kerak kalsium sulfat yang terbentuk lebih sedikit dibandingkan tanpa penambahan zat aditif. Ini menunjukkan pada kondisi penambahan aditif asam sitrat 20 ppm reaksi antara reaktan CaCl_2 dan Na_2SO_4 berjalan lebih lambat dibanding tanpa penambahan zat aditif. Hal ini disebabkan asam sitrat merupakan asam lemah yang dapat menghambat pembentukan kerak kalsium sulfat dengan cara bereaksi dengan salah satu reaktan atau kedua reaktan (CaCl_2 dan Na_2SO_4). Reaksi pengaruh asam sitrat terhadap pembentukan kerak kalsium sulfat dapat dilihat pada Gambar 4.3.



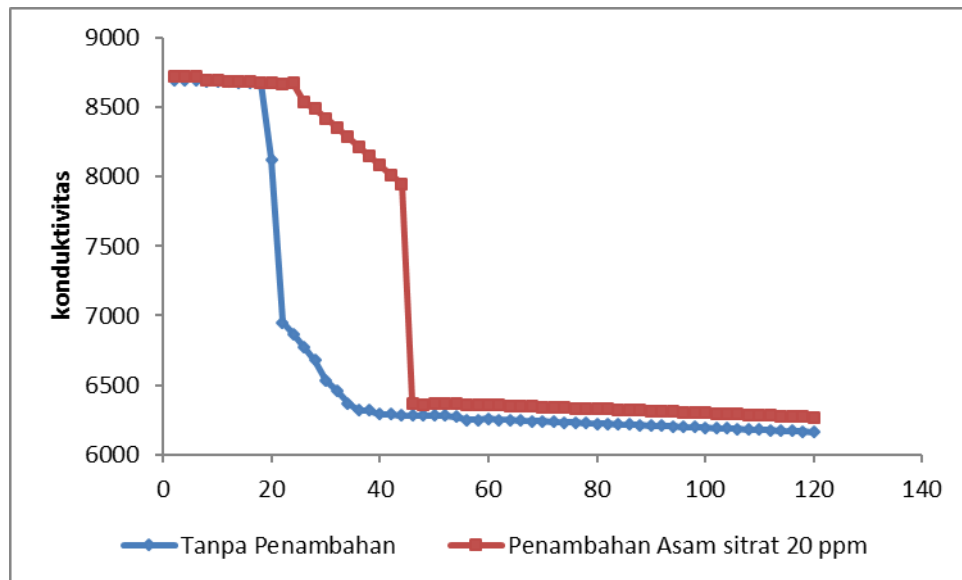
Gambar 4.3. Reaksi Penghambatan kerak Calsium Sulfat Oleh Asam Sitrat

Dari Gambar 4.3. Hasil samping dari reaksi penghambatan kerak kalsium sulfat adalah HCl dan H₂SO₄. Kedua zat tersebut merupakan asam kuat sehingga dapat menambah daya hambat pembentukan kalsium sulfat.

4.3 Analisa Waktu Induksi

Analisa yang dilakukan yaitu tentang waktu yang dibutuhkan oleh senyawa kalsium sulfat untuk membentuk inti kristal pertama kali. Waktu induksi ditandai dengan menurunnya nilai konduktivitas larutan secara tajam yang menandakan bahwa ion kalsium telah bereaksi dengan ion sulfat dan mengendap membentuk kerak. Waktu induksi untuk penambahan asam sitrat 20 ppm dan tanpa penambahan masing-masing menunjukkan nilai yang

berbeda seperti yang terlihat pada Gambar 4.4. grafik hubungan antara konduktivitas dengan waktu.



Gambar 4.4 Grafik hubungan konduktivitas dengan waktu

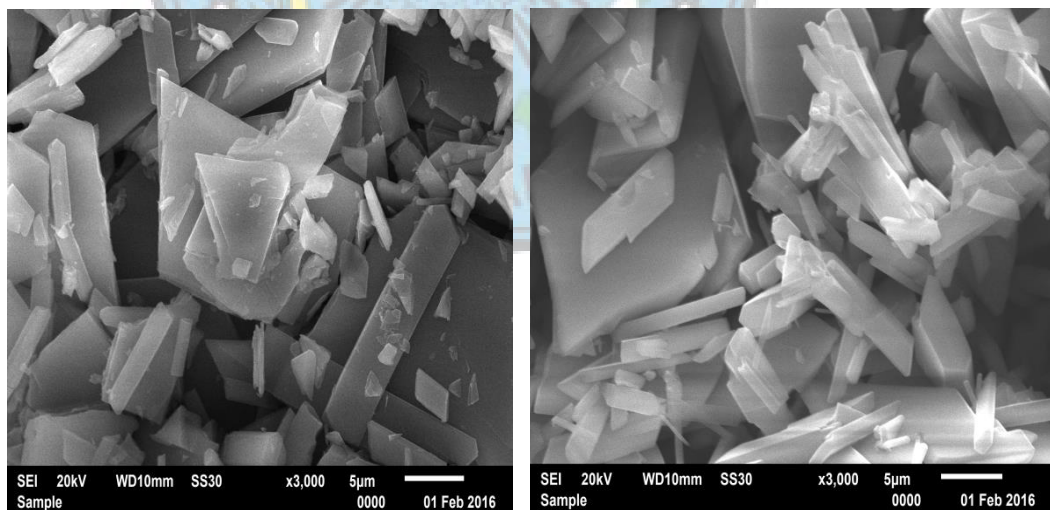
Gambar 4.4 merupakan grafik hubungan antara konduktivitas larutan dengan waktu penelitian pada tiga variasi laju alir dengan konsentrasi larutan Ca^{2+} 3000 ppm tanpa penggunaan aditif. Pada waktu tertentu terjadi penurunan secara signifikan yaitu menit 20 dan 44, dimana tanpa penambahan nilai konduktivitas larutan 8124 $\mu\text{S}/\text{cm}$ dan penambahan asam sitrat 20 ppm nilai konduktivitas 7947 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Waktu tersebut merupakan waktu induksi dikarenakan ion larutan mulai bereaksi untuk membentuk inti kristal.

Dari Gambar 4.1 terlihat bahwa semakin tinggi laju alir, semakin cepat pula waktu induksi yang terjadi, semakin kecil waktu induksi berarti semakin cepat inti kristal terbentuk. Selain membawa komponen pembentuk kerak lebih banyak dalam fluida, laju alir yang tinggi memungkinkan ion

bergerak lebih cepat yang berdampak semakin cepat pula reaksi yang terjadi antar ion (Muryanto dkk, 2014).).

4.4 Pengujian SEM

Pengujian SEM dan pengujian *microanalyser* bisa dilakukan pada suatu instrumen yaitu dengan menggunakan perangkat SEM-EDS. Pengujian SEM dilakukan untuk mengkaji morfologi kristal sedangkan pengujian *microanalyser* bertujuan untuk mengetahui komposisi kristal dan pengujian XRD untuk membuktikan bahwa kerak dari hasil penelitian itu betul-betul kerak kalsium Sulfat (CaSO_4). Kajian morfologi adalah kajian yang meliputi kekasaran kristal, ukuran kristal, bentuk kristal, proses pengintian serta fenomena pembentukan kristal. Hasil pengujian SEM dapat dilihat pada **Gambar 4.5**.



(a)

(b)

Gambar 4.3. Morfologi kerak kalsium Sulfat hasil percobaan (a) Tanpa penambahan zat aditif (b) penambahan aditif asam sitrat 20 ppm

Setelah melakukan pengamatan terhadap hasil SEM yang di cantumkan pada Gambar 4.3 dengan perbesaran 3000 kali. Proses pembentukan kristal yang dilakukan melalui percobaan dimana dengan menggunakan konsentrasi larutan CaSO_4 3000 ppm dengan penambahan zat aditif asam sitrat. Gambar (a) merupakan bentuk morfologi kerak hasil uji kristalisasi dengan penambahan aditif asam sitrat. Pada gambar tersebut terlihat bahwa jenis kristal yang terbentuk adalah fasa gypsum, gypsum memiliki bentuk lempengan/plat besar. Gambar (b) merupakan hasil uji kristalisasi tanpa penambahan aditif. Pada gambar tersebut terlihat bahwa fasa yang terbentuk adalah gypsum dengan lempeng lebih terlihat kecil. Fase Gypsum kerak kalsium sulfat memiliki bentuk kristal *monoklin*.

Monoklin merupakan ciri-ciri khas dari bentuk kristal CaSO_4 . Mengacu pada sistem Kristal, pada sistem kristal ini memiliki panjang rusuk yang berbeda-beda ($a \neq b \neq c$), serta sudut $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta \neq 90^\circ$. Sehingga bisa disimpulkan menurut kajian morfologi yang telah dibahas sebelumnya yaitu pada tinjauan pustaka kristal CaSO_4 yang dihasilkan melalui percobaan mempunyai bentuk *monoklin*.

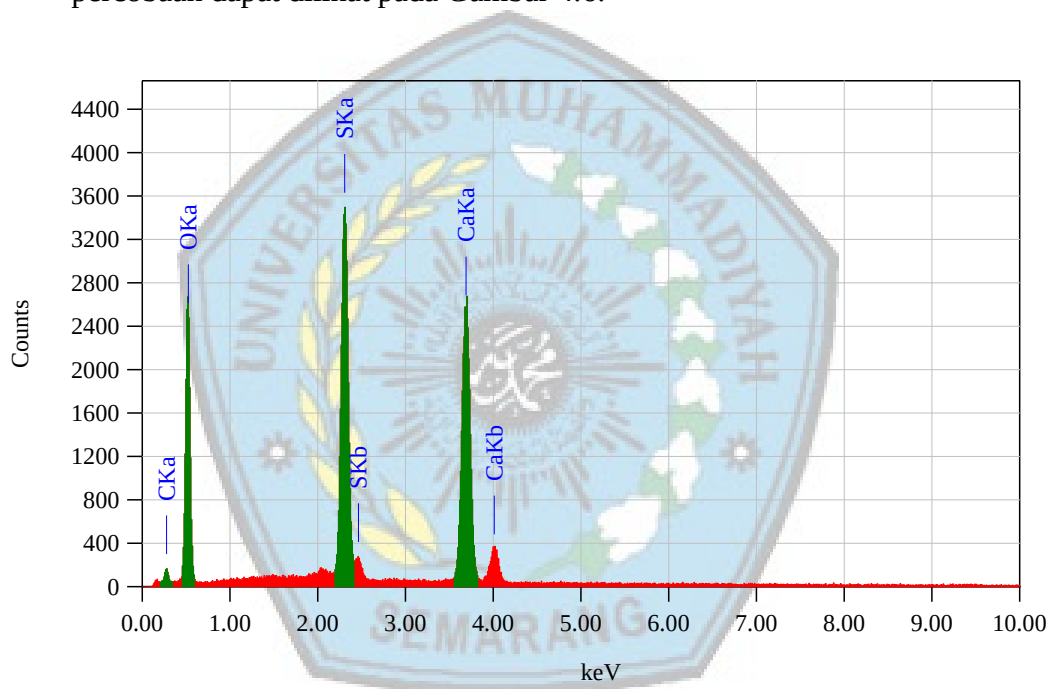
Dari ketiga hasil uji SEM tersebut menandakan bahwa penambahan aditif lebih besar mampu menekan pembentukan fasa kalsit/monoklin yang merupakan jenis fasa *hardscale*. Apabila kristal ini terbentuk dan mengendap di dalam pipa maka akan menghasilkan kerak yang sulit untuk dibersihkan dari suatu sistem perpipaan. Sedangkan kedua jenis kristal lainnya, yaitu aragonite dan vaterite, merupakan jenis *softscale* yang lebih mudah dibersihkan apabila menempel pada dinding dalam pipa (Holysz dkk, 2007).

Hasil uji ini memberikan informasi yang sangat penting terhadap pengaruh penambahan aditif berupa asam sitrat. Sebab, dengan penambahan konsentrasi aditif lebih besar akan mencegah pertumbuhan fasa, dimana tanpa penggunaan aditif fasa yang terbentuk di dominasi oleh fasa Gypsum. Tetapi dengan penambahan aditif lebih besar terlihat bahwa fasa yang terbentuk selain kalsit, fasa aragonite dan vaterite juga terbentuk. Sehingga apabila fluida yang

mengalir ke suatu sistem perpipaan, maka kemungkinan kerak yang terbentuk adalah jenis *softscale* yang mudah dihilangkan.

4.5. Pengujian EDS

Pada prinsipnya mikroskop elektron dapat mengamati morfologi, struktur mikro, komposisi, dan distribusi unsur. Untuk menentukan komposisi unsur secara kualitatif dan kuantitatif perlu dirangkaikan satu perangkat alat EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectrometer*). Hasil Pengujian EDS hasil percobaan dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Gambar Hasil Analisis EDS (penambahan Asam Sitrat 20 ppm)

Tabel 4.3. Hasil analisa mikro kristal kalsium sulfat

Element	Wt %	At%
C K	7.84	12.09
O K	62.96	72.85
S K	13.71	7.91
Ca K	15.49	7.16

Hasil analisa mikro meliputi komposisi atom pembentuk kristal yang dinyatakan dalam presentase atom. Presentase diatas bila dibandingkan dengan hitungan secara teoritis ternyata mempunyai perbedaan.

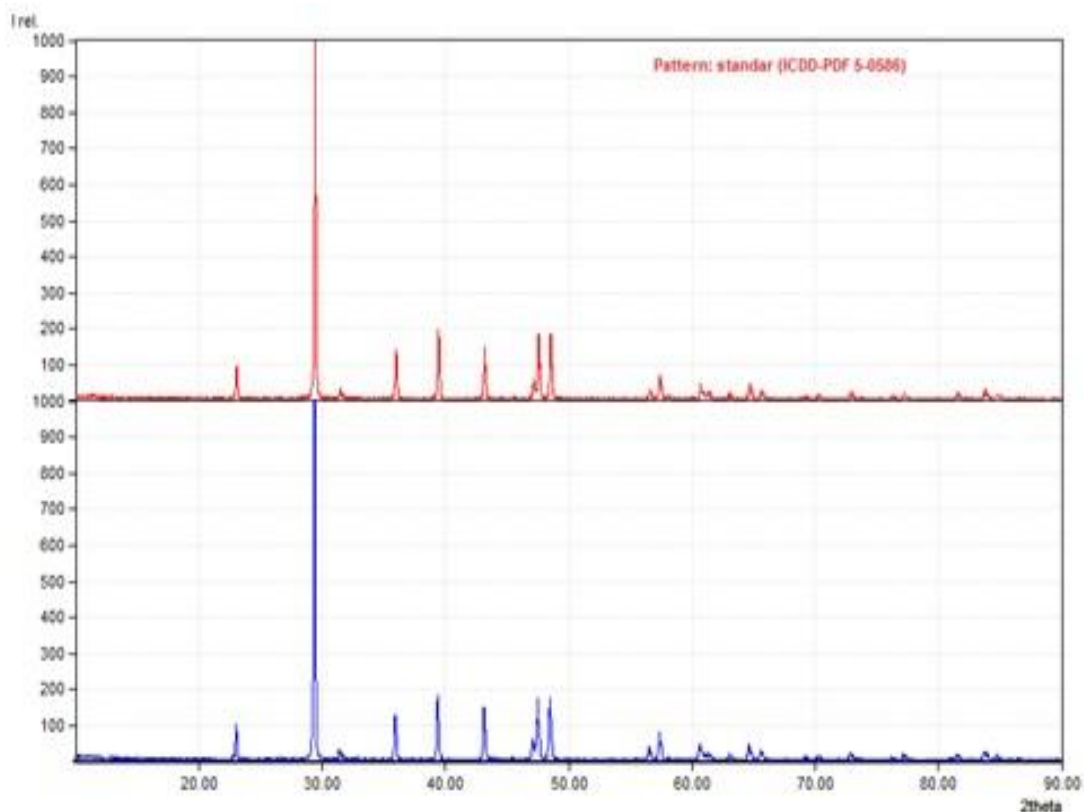
Menurut perhitungan teoritis presentase berat kandungan Ca pada CaSO_4 seharusnya adalah $40/100 \times 100\% = 40 \text{ wt\%}$ sedangkan hasil analisa mikro kandungan Ca = 15.49% sehingga mempunyai selisih 24.51%. Untuk kadar carbon (C) seharusnya $12/100 \times 100\% = 12 \text{ wt\%}$ sedangkan hasil analisa mikro 7.84% wt sehingga mempunyai selisih 4.16%. Untuk kadar oksigen seharusnya $64/100 \times 100\% = 64 \text{ wt\%}$ sedangkan hasil analisa mikro menunjukan 62,96% wt sehingga mempunyai selisih 1,04% wt. Untuk Kadar Sulfur (S) seharusnya $32/100 \times 100\% = 32\% \text{ wt}$ sedangkan hasil analisa mikro menunjukan 13.71 %wt sehingga memiliki selisih 18.71%wt.

Perbedaan hasil analisa mikro ini di akibatkan oleh beberapa sebab yaitu :

1. Adanya penambahan zat aditif asam sitrat $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ kedalam larutan sehingga proporsi CaSO_4 mengalami perubahan.
2. Adanya kandungan natrium dan klorid dalam kristal sehingga berpengaruh komposisi kristal.

4.6 Analisa XRD

Analisa XRD dilakukan dengan menggunakan alat XRD dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Parameter scan pada sudut 2θ ($10^\circ - 80^\circ$). Hasil pengukuran XRD ini kemudian di bandingkan dengan referensi JCPDS-ICDD CaSO_4 . Apabila menunjukkan nilai kesamaan antara sudut 2θ dan intensitasnya yang tertinggi maka spesimen hasil penelitian merupakan kalsium Sulfat (CaSO_4).



Gambar 4.7. Hasil pengukuran XRD dari percobaan dengan konsentrasi 3000 ppm, penambahan asam sitrat 20 ppm (bawah); data JCPDS CaSO_4 (atas)

Gambar 4.7 merupakan grafik pengukuran XRD dan data JCPDS CaSO_4 yang dijadikan satu grafik. Terdapat kesamaan pada posisi intensitas tertinggi yaitu pada sudut 2θ di posisi sekitar 23° , 29° , 36° , 39° , 43° , 47° , 48° , 56° , 57° . Dari perbandingan tersebut membuktikan bahwa spesimen hasil penelitian merupakan kalsium Sulfat (CaSO_4).

BAB 5

PENUTUP

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan dapat disimpulkan bahwa:

1. Semakin tinggi suhu massa kerak yang terbentuk semakin banyak. Hasil penelitian menunjukan pada suhu 60⁰C diperoleh massa kerak CaSO₄ sebesar 0.0865 gram sedangkan pada suhu 30⁰C menghasilkan massa kerak CaSO₄ 0.0127 gram.
2. Penambahan zat aditif asam sitrat 20 ppm memiliki pengaruh yang cukup besar menurunkan pembentukan massa kerak CaSO₄. Hasil penelitian menunjukan massa kerak kalsium sulfat setelah penambahan asam sitrat 20 ppm adalah 0.0030 gram sedangkan tanpa penambahan adalah 0.0127 gram.
3. Dari hasil SEM antara tanpa penambahan dan dengan penambahan terlihat Gypsum perbedaannya adalah bentuk kepingan kepingan kecil untuk penambahan asam sitrat sedangkan tanpa penambahan aditif lempengan besar. pada percobaan dengan penggunaan aditif. Hal tersebut karena aditif mampu menempel pada permukaan kristal CaSO₄ selama proses pertumbuhan kristal sehingga berdampak pada variasi polimorf dan morfologi akhir kristal CaSO₄.
4. Dari hasil uji EDX diketahui unsur-unsur pembentuk kerak CaSO₄. Dan hasil EDX tersebut memiliki kesamaan bila dibandingkan dengan EDS penelitian CaSO₄ yang lain. Begitu juga dari hasil uji XRD, terdapat kesamaan bila dibandingkan dengan data PDF JCPDS CaSO₄, sehingga membuktikan bahwa spesimen hasil penelitian merupakan kerak kalsium Sulfat (CaSO₄).

5.2 Saran

- a. Penelitian kerak CaSO_4 dapat dilakukan kembali dengan alat penelitian yang sama dengan mengubah parameternya seperti material kupon (baja tahan karat, kuningan, dll), penggunaan aditif yang berbeda (PMA, PCA, HEDP, dll atau dengan ion Mg, Cu, dll) , dengan jenis aliran turbulen, dll.
- a. Penelitian untuk jenis kerak yang lain (seperti kerak barium sulfat, strontium sulfat dan mineral fosfat yang lain) dapat dilakukan menggunakan alat penelitian ini.



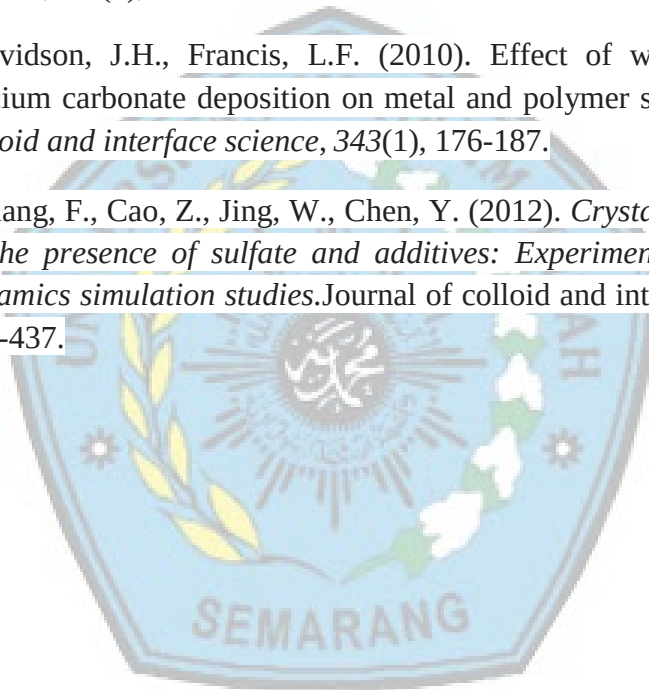
DAFTAR PUSTAKA

- Alimi, F., Tlili, M., Amor, M.B., Gabrielli, C., Maurin, G. (2007), *Influence of magnetic field on calcium carbonate precipitation*, Desalination, 206, 163-168.
- Amor, M. B., Zgolli, D., Tlili, M. M., Manzola, A. S. (2004). *Influence of water hardness, substrate nature and temperature on heterogeneous calcium carbonate nucleation*. Desalination, 166, 79-84.
- Antony, A., Low, J. H., Gray, S., Childress, A. E., Le-Clech, P., Leslie, G. (2011). *Scale formation and control in high pressure membrane water treatment systems: A review*. Journal of Membrane Science, 383, 1-16.
- Asnawati., (2001). *Pengaruh temperatur terhadap reaksi fosfonat dalam inhibitor kerak pada sumur minyak*. Jurnal Ilmu Dasar, Vol.2. No.1, Hal.20-26.
- Association World Congress on Desalination and Water Reuse/ Tianjen China, pp.13-119.
- Bott, T.R., (1995), *Fouling of Heat Exchangers*, Elsevier, Amsterdam and New York.
- Chen, T., Neville, A., Yuan, M. (2004), *Assessing the effect of Mg^{2+} on $CaCO_3$ scale formation-bulk precipitation and surface deposition*, Journal Of Crystal Growth, 275, e1341-e1347.
- Crabtree, M., Eslinger, D., Fletcher, P., Miller, M., Johnson, A., King, G. (1999). *Fighting scale removal and prevention*. Oilfield Review, 11(3), pp.30-45.
- Fathi, A., Mohamed, T., Claude, G., Maurin, G., Mohamed, B. A. (2006). Effect of a magnetic water treatment on homogeneous and heterogeneous precipitation of calcium carbonate. *Water Research*, 40(10), 1941-1950.
- Garcia, C., Courbin, G., Ropital, F., Fiaud, C. (2001), *Study of the scale inhibition by HEDP in a channel flow cell using a quartz crystal microbalance*, Electrochimica Acta, 46, pp: 973-985.
- Glade, H., Krömer, K., Stärk, A., Loisel, K., Odier, K., Nied, S., Essig, M. (2013). *Effects Of Tube material on scale formation and control in multiple effect distillers*. Prociding of International Desalination

- Han, Y. S., Hadiko, G., Fuji, M., & Takahashi, M. (2005). *Effect of flow rate and CO₂ content on the phase and morphology of CaCO₃ prepared by bubbling method*. Journal of Crystal Growth, 276(3), 541-548.
- Hadiko, G., Han, Y. S., Fuji, M., Takahashi, M. (2005). *Synthesis of hollow calcium carbonate particles by the bubble templating method*. Materials Letters, 59(19), 2519-2522.
- Holysz, L., Szczes, A., Chibowski, E. (2007). *Effects of a static magnetic field on water and electrolyte solutions*. Journal of Colloid and Interface Science, 316(2), 996-1002.
- Isopescu, R., Mateescu, C., Mihai, M., Dabija, G. (2010). *The effects of organic additives on induction time and characteristics of precipitated calcium carbonate*. Chemical Engineering Research and Design, 88, 1450-1454.
- Kiaei, Z., Haghtalab, A. (2014). *Experimental study of using Ca-DTPMP nanoparticles in inhibition of CaSO₄ scaling in a bulk water process*, Desalination, 33, 84-92.
- Martos, C., Coto, B., Pena, J., L., Rodriguez, R., Merino-Garcia, D., Pastor, G. (2010), *Effect of Precipitation and detection technique on particle size distribution of CaCO₃*, Elsevier B.V.
- Mao, Z., Huang, J. (2007), *Habit modification of calcium carbonate in the presence of malic acid*, Journal of Solid State Chemistry, 180, 453–460.
- Martinod, A., Euvrard, M., Foissy, A., Neville, A. (2007), *Progressing the understanding of chemical inhibition of mineral scale by green inhibitors*, Desalination, 220, 345-352.
- Ma'mun, H., Bayuseno, A. P., Muryanto, S. (2013). *Pembentukan kerak kalsium Sulfat (CaCO₃) di dalam pipa beraliran laminar pada laju alir 30 ml/menit hingga 50 ml/menit dan penambahan aditif asam malat*. In Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Fakultas Teknik (Vol. 1, No. 1).
- Muryanto, S., Bayuseno, A.P., Sediono, W., Mangestiyono, W. (2012). *Development of a versatile laboratory project for skala formation and control*. Education for Chemical Engineers, 7, 78-84.

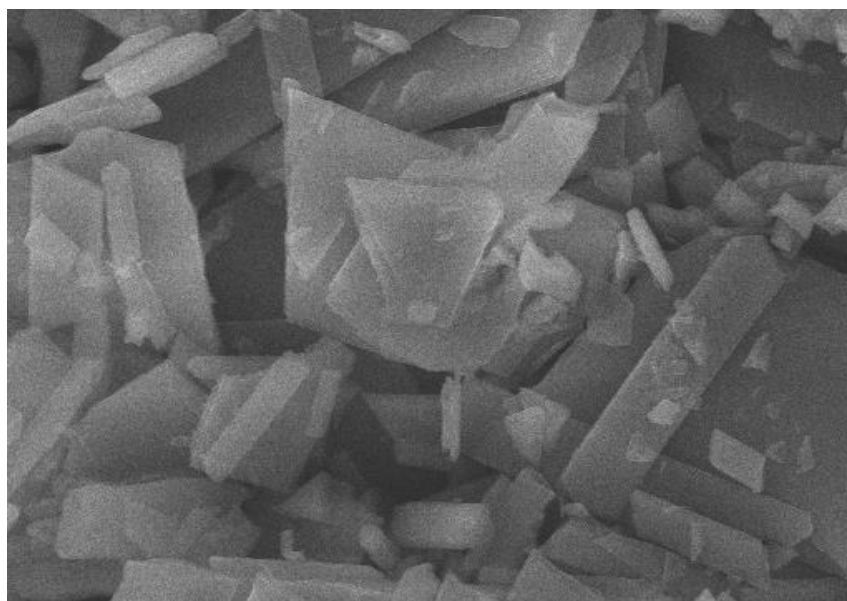
- Muryanto, S., Bayuseno, A. P., Ma'mun, H., Usamah, M. (2014). *Calcium carbonate scale formation in pipes: effect of flow rates, temperature, and malic acid as additives on the mass and morphology of the scale*. *Procedia Chemistry*, 9, 69-76.
- Plavsic, B., Kobe, S., Orel, B (1999). Identification of crystallization forms of CaCO_3 with FTIR spectroscopy, ISSN 1318 - 0010, KZLTET, 33, (6), 517.
- Ratna, P., S. (2011), *Studi Penanggulangan Problem Scale Dari Near-Wellbore Hingga Flowline di Lapangan Minyak Limau*, Fakultas Teknik UI, Depok.
- Reddy, M.M., Hoch, A.R. (2001). *Calcite crystal growth rate inhibition by polycarboxylic acids*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 235(2), pp.365-370.
- Saksono, N., Mubarak, M. H., Widaningrum, R., Bismo, S. (2007). *Pengaruh Medan Magnet terhadap Konduktivitas Larutan Na_2CO_3 dan CaCl_2 serta Presipitasi dan Morfologi Partikel CaCO_3 pada Sistem Fluida Statis*. *Jurnal Teknologi*, 318-323.
- Sediono, W., Bayuseno, A. P., Muryanto, S. (2011). *Eksperimen Pembentukan Kerak Gypsum Dengan Konsentrasi Ca^{2+} : 3500 Ppm Dan Aditif Fe^{2+}* . *Momentum*, 7(2).
- Setta, F. A., Neville, A. (2011). *Efficiency assessment of inhibitors on CaSO_4 precipitation kinetics in the bulk and deposition on a stainless steel surface (316L)*. *Desalination*, 281, 340-347.
- Sousa, M.F., Bertran, C.A. (2014). *New methodology based on static light scattering measurements for evaluation of inhibitors for in bulk crystallization*. *Journal of Colloid and Interface Science*. Pp.57-64.
- Singh, N.B., Middendorf, B. (2007), *Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization*, *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 53, 57 -77.
- Siswoyo, Erna, K. (2005), *Identifikasi Pembentukan Scale*, Jurusan Teknik Perminyakan, Fakultas Teknologi Mineral, UPN Veteran Yogyakarta.
- Tijing, L.D., Lee, D.H., Kim, D.W., Cho, Y.I., Kim, C.S. (2011). *Effect of high-frequency electric fields on calcium carbonate scaling*. *Desalination*, 279, 47-53.

- Tzotzi, C., Pahiadaki, T., Yiantsios, S.G., Karabelas, A.J., Andritsos, N. (2007). *A study of CaSO_4 skala formation and inhibition in RO and NF membrane processes*. Journal of Membrane Science, 296(1), pp.171-184.
- Wang, Y., Moo, Y. X., Chen, C., Gunawan, P., & Xu, R. (2010). *Fast precipitation of uniform CaSO_4 nanospheres and their transformation to hollow hydroxyapatite nanospheres*. Journal of colloid and interface science, 352(2), 393-400.
- Wada, N., Kanamura, K., Umegaki, T. (2001). *Effects of carboxylic acids on the crystallization of calcium carbonate*. Journal of colloid and interface science, 233(1), 65-72.
- Wu, Z., Davidson, J.H., Francis, L.F. (2010). *Effect of water chemistry on calcium carbonate deposition on metal and polymer surfaces*. Journal of colloid and interface science, 343(1), 176-187.
- Tang, Y., Zhang, F., Cao, Z., Jing, W., Chen, Y. (2012). *Crystallization of CaCO_3 in the presence of sulfate and additives: Experimental and molecular dynamics simulation studies*. Journal of colloid and interface science, 377, 430-437.



LAMPIRAN

Hasil Uji SEM-EDS Hasil Percobaan Tanpa Penambahan



Title : IMG1

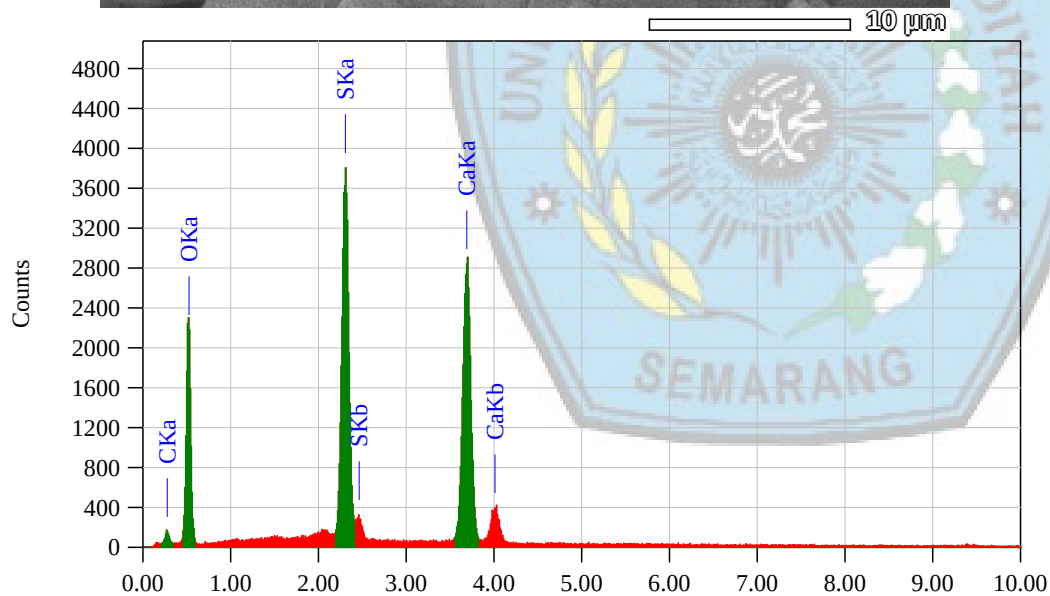
Instrument : 6510 (LA)

Volt : 20.00 kV

Mag. : x 3,000

Date : 2016/02/01

Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter

Instrument : 6510 (LA)

Acc. Voltage : 20.0 kV

Probe Current: 1.00000 nA

PHA mode : T3

Real Time : 51.29 sec

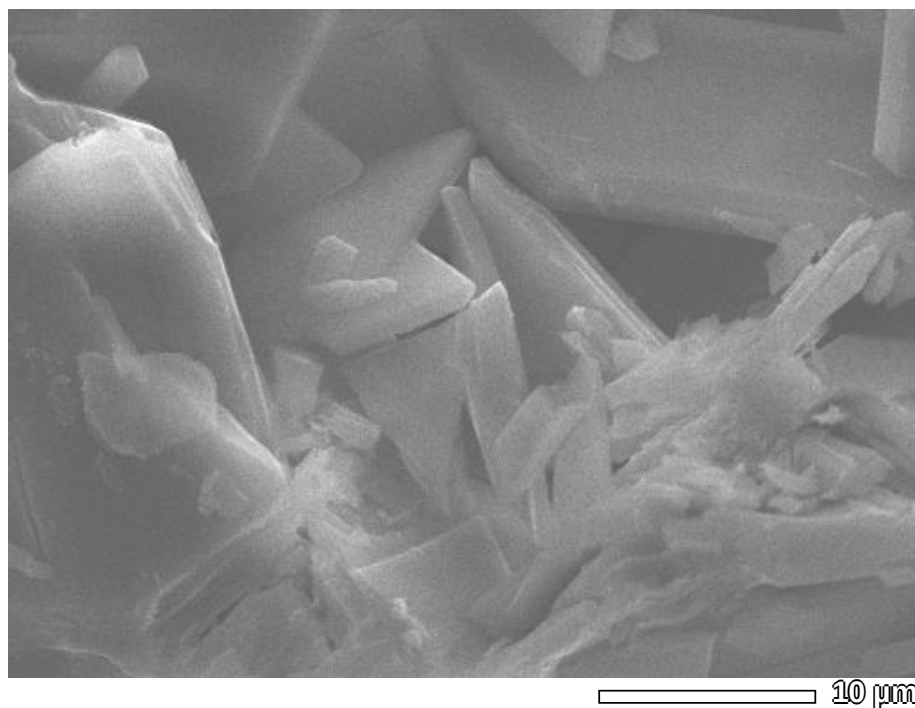
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.0298

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	8.74	0.20	13.64				2.1272
O K	0.525	59.62	0.56	69.84				52.7304
Si K	2.307	14.79	0.11	8.64				21.0023
Ca K	3.690	16.85	0.14	7.88				24.1402
Total		100.00		100.00				

<http://lib.unimus.ac.id>

Hasil Uji SEM-EDS (Penambahan Asam Sitrat 5 ppm)



Title : IMG1

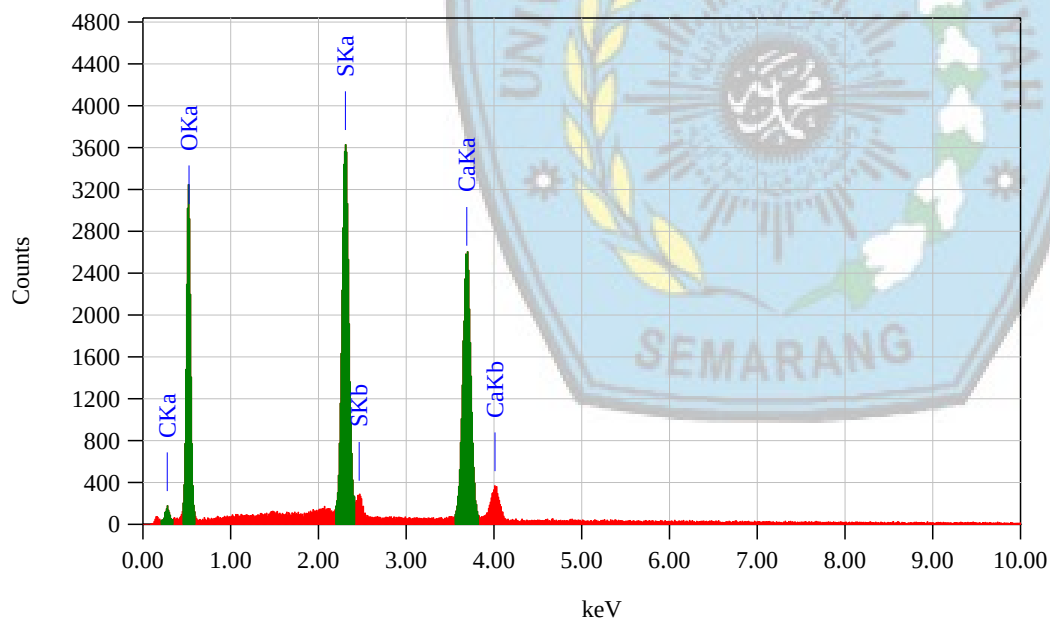
Instrument : 6510 (LA)

Volt : 20.00 kV

Mag. : x 3,000

Date : 2016/02/01

Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter

Instrument : 6510 (LA)

Acc. Voltage : 20.0 kV

Probe Current: 1.00000 nA

PHA mode : T3

Real Time : 51.26 sec

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.0295

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	7.65	0.17	11.64				1.8447
O K	0.525	65.10	0.52	74.41				62.0797
S K	2.307	13.27	0.10	7.57				17.4098
Ca K	3.690	13.98	0.12	6.38				18.6658
Total		100.00		100.00				

<http://lib.unimus.ac.id>



<http://lib.unimus.ac.id>