

**KONVERSI Mg^{2+} DALAM AIR TUA (*BITTERN*) MENJADI $Mg(OH)_2$
MENGUNAKAN METODE ELEKTROKIMIA**

(Tesis)

Oleh

Hanif Amrulloh Za



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

ABSTRAK

KONVERSI Mg^{2+} DALAM AIR TUA (*BITTERN*) MENJADI $Mg(OH)_2$ MENGUNAKAN METODE ELEKTROKIMIA

Oleh

HANIF AMRULLOH ZA

Dalam penelitian ini telah dilakukan uji kelayakan metode elektrokimia untuk konversi Mg^{2+} dalam air tua (*bittern*) menjadi $Mg(OH)_2$, dengan fokus pada pengaruh potensial, pengenceran, dan waktu kontak terhadap hasil dan kemurnian $Mg(OH)_2$ yang dihasilkan. Proses elektrokimia dilakukan menggunakan sel elektrokimia 2-kompartemen, terhubung dengan jembatan garam yang dibuat dari suspensi NaCl dalam agar-agar. Penelitian ini dilakukan menggunakan nikel sebagai katoda dan karbon sebagai anoda. Hasil yang diperoleh adalah $Mg(OH)_2$ dengan hasil dan kemurnian terbaik didapatkan pada kondisi potensial 18 volt, faktor pengenceran *bittern* 4x, dan waktu elektrolisis 4 jam, dengan rendemen 85,59 % dan kemurnian 91,21 %. Karakterisasi dengan XRF menunjukkan bahwa unsur pengotor mayor adalah Cl. Karakterisasi dengan SEM menunjukkan bahwa $Mg(OH)_2$ berbentuk kristal memanjang dan sampel MgO berbentuk kubus. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa pada sampel $Mg(OH)_2$ terdiri

dari 3 fasa kristalin dengan struktur $\text{Mg}(\text{OH})_2$ berbentuk trigonal sedangkan sampel MgO terdiri dari 4 fasa kristalin dengan struktur MgO berbentuk kubus. Menggunakan persamaan *Scherrer* diperoleh bahwa ukuran partikel rata-rata $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan MgO masing-masing adalah 23,65 nm dan 45,44 nm.

Kata Kunci : air tua (*bittern*), $\text{Mg}(\text{OH})_2$, elektrokimia, elektrolisis, sel elektrokimia 2-kompartemen, MgO .

ABSTRACT

CONVERSION OF Mg^{2+} IN BITTERN BECOMES $Mg(OH)_2$ USING ELECTROCHEMICAL METHOD

By

HANIF AMRULLOH ZA

In this study, electrochemical method has been tested for its feasibility in converting Mg^{2+} in bittern to $Mg(OH)_2$, focusing on the effect of potential, dilution, and contact time on the yield and purity of $Mg(OH)_2$. The electrochemical process was performed using a 2-compartment electrochemical cell, connected by salt bridge prepared by suspension of NaCl in gelatin. The electrolysis process was conducted using nickel as cathode and carbon as anode. The $Mg(OH)_2$ with the highest yield and purity was obtained from the experiment carried out using the potential 18 volt, 4x bittern dilution factor, and 4 hours electrolysis time, with yield of 85,59% and purity 91,21%. Characterization with XRF shows that the major impurity is Cl. Characterization with SEM shows that $Mg(OH)_2$ is elongated crystal and MgO sample is cubic. Characterization with XRD showed that the $Mg(OH)_2$ sample consisted of 3 crystalline phases with trigonal $Mg(OH)_2$ structures while the MgO sample consisted of four crystalline phases with a cube-shaped MgO structure. Using the Scherrer equation we found

that the mean particle sizes of $\text{Mg}(\text{OH})_2$ and MgO are 23,65 nm and 45,44 nm, respectively.

Kata Kunci : bittern, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, electrochemistry, electrolysis, 2-compartment electrochemical cell, MgO .

**KONVERSI Mg^{2+} DALAM AIR TUA (*BITTERN*) MENJADI $Mg(OH)_2$
MENGUNAKAN METODE ELEKTROKIMIA**

Oleh

Hanif Amrulloh Za

Tesis

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
MAGISTER SAINS**

Pada

**Program Pascasarjana Magister Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung**



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

Judul Tesis : **KONVERSI Mg^{2+} DALAM AIR TUA
(BITTERN) MENJADI $Mg(OH)_2$
MENGUNAKAN METODE
ELEKTROKIMIA**

Nama Mahasiswa : **Hanif Amrulloh Za**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1527011005

Program Studi : Magister Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing



Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.
NIP 19590706 198811 1 001



Dr. Rudy TM Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616 198811 1 001

**2. Ketua Program Studi Magister Kimia
FMIPA Universitas Lampung**



Dr. Rudy TM Situmeang, M.Sc.
NIP 19600616 198811 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.** 

Sekretaris : **Dr. Rudy TM Situmeang, M.Sc.** 

Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Mita Rilyanti, M.Si.** 

: **Dr. Nurhasanah, M.Si.** 

: **Dr. Rinawati, M.Si.** 

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam


Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.

NIP 19710212 199512 1 001

3. Direktur Program Pascasarjana


Prof. Dr. Sudjarwo, M.S.

NIP 19530528 198103 1 002

Tanggal Lulus Ujian Tesis : **1 Agustus 2017**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa:

1. Tesis dengan judul “Konversi Mg^{2+} Dalam Air Tua (*Bittern*) Menjadi $Mg(OH)_2$ Menggunakan Metode Elektrokimia” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan atas karya penulis lain dengan cara yang tidak sesuai dengan tata etika ilmiah yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiatisme.
2. Hak intelektual atas Karya Ilmiah ini diserahkan kepada Universitas Lampung

Atas pernyataan ini, apabila dikemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menanggung akibat dan sanksi yang diberikan kepada saya. Saya bersedia dan sanggup dituntut sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Agustus 2017
Pembuat Pernyataan



Hanif Amrulloh Za

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bumi Nabung, 24 tahun silam tanggal 30 April 1993 sebagai anak pertama dari tiga bersaudara, dari Bapak M. S. Zamroni Aly dan Ibu Endah Wahyuni

Penulis menyelesaikan pendidikan dasar di SDN 4 Metro Barat Kota Metro dan menyelesaikannya tahun 2004, pendidikan tingkat menengah hingga tahun 2007 di SMP Negeri 3 Kota Metro. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 3 Kota Metro dan menyelesaikannya tahun 2010. Pada tahun yang sama, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN) dan lulus ditahun 2014 sebagai wisudawan terbaik ke-2 tingkat fakultas dan wisudawan dengan predikat cumlaude. Selama menempuh pendidikan S1, penulis pernah menjadi Juara 2 Tingkat Provinsi Lampung Olimpiade Sains Nasional Pertamina (OSN-Pertamina) tahun 2012 Bidang Kimia kategori Teori, Finalis Olimpiade Nasional Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Perguruan Tinggi (ONMIPA PT) Bidang Kimia tahun 2013, Juara Bidang Kimia Tingkat Region Sumatera Bagian Selatan Olimpiade Sains Nasional Pertamina (OSN-Pertamina) tahun 2013 Kategori Teori dan Juara Poster Terfavorit Babak Penyisihan Tingkat Provinsi Lampung Olimpiade Sains Nasional Pertamina (OSN-Pertamina) tahun

2013 Kategori Proyek Sains. Didasari kecintaannya pada ilmu kimia, penulis kemudian melanjutkan pendidikan dengan mendaftar sebagai Mahasiswa Program Studi Magister Kimia Universitas Lampung tahun 2015.

Aktivitas organisasi penulis dimulai sejak menjadi Kader Muda Himaki tahun 2010-2011. Penulis juga pernah menjadi Anggota Bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia (SPIK) Himaki FMIPA Unila tahun 2011-2012, Kepala Bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia (SPIK) Himaki FMIPA Unila tahun 2012-2013, Ketua Komisi B DPM FMIPA Universitas Lampung tahun 2013-2014, Bendahara Umum Pimpinan Cabang Ikatan Pelajar Nahdlatul Ulama (IPNU) Kota Metro tahun 2014-2016, Sekretaris Pimpinan Anak Cabang (PAC) Gerakan Pemuda (GP) Ansor Metro Barat tahun 2015-2017, dan Wakil Sekretaris Pimpinan Cabang (PC) Gerakan Pemuda (GP) Ansor Kota Metro tahun 2017-sekarang.



Sebuah Renungan....

“Berangkatlah kamu baik dalam keadaan merasa **ringan maupun berat**, dan berjihadlah kamu dengan **harta dan dirimu di jalan Allah**, yang demikian itu adalah lebih baik bagimu, jika kamu mengetahui.”
(Q.S, At Taubah; 41)

“Maka apabila telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan **sungguh-sungguh** (urusan) yang lain.”
(Q.S, Ash-Sharh; 7)

“Barangsiapa **MEMPERMUDAH** kesulitan orang lain maka Allah akan mempermudah urusannya Di **DUNIA & AKHIRAT**”
(HR Muslim)



Atas Rahmat Allah SWT.. kupersembahkan karya sederhana ini teruntuk...

Bapak dan Ibu tercinta, atas semua doa, cinta dan kasih sayang yang tulus selama membesarkan ananda,

Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. dan Bapak Ibu Dosen Jurusan Kimia atas semua dedikasinya selama ananda menempuh pendidikan di kampus

Adinda Aziz Fajar Setiawan dan M. Danang Ma'ruf atas semua kerjasama dan dukungannya

Serta seluruh Perindu Surga yang senantiasa menebar kebaikan untuk Almamater tercinta



SANWACANA

Segala Puji bagi Allah, *Rabb* semesta alam atas nikmat-Nya yang tak terhingga, kasih sayang-Nya yang tak terbilang, serta nikmat persaudaraan yang senantiasa terjaga hingga hari ini sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul **KONVERSI Mg^{2+} DALAM AIR TUA (*BITTERN*) MENJADI $Mg(OH)_2$ MENGGUNAKAN METODE ELEKTROKIMIA**. Shalawat teriring salam semoga tersampaikan kepada Rasulullah SAW beserta keluarga dan sahabat serta umatnya di akhir zaman, *Aamiin*.

Teriring doa nan tulus *jazaakumullah khairan katsir*, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku Pembimbing I dan Pembimbing Akademik penulis atas seluruh dedikasi yang beliau berikan selama menempuh pendidikan di kampus, atas semua kesabaran, keikhlasan, bimbingan dan nasihat yang diberikan hingga penelitian dan tesis ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalas kebaikan beliau dengan *baraakah* yang tidak ternilai.
2. Bapak Dr. Rudy Tahan Mangapul Situmeang, M.Sc. selaku Pembimbing II dan Ketua Program Studi Magister Kimia yang telah membimbing penulis dengan penuh kesabaran serta bimbingan yang telah diberikan sehingga tesis

penulis dapat terselesaikan dengan baik. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.

3. Ibu Dr. Mita Riliyanti, M. Si. selaku Pembahas dalam penelitian penulis atas semua bimbingan, nasihat, dan kesabaran beliau sehingga tesis ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
4. Ibu Dr. Nurhasanah, M. Si. selaku Pembahas dalam penelitian penulis atas semua bimbingan, nasihat, dan kesabaran beliau sehingga tesis ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
5. Ibu Dr. Rinawati, M. Si. selaku Pembahas dalam penelitian penulis atas semua bimbingan, nasihat, dan kesabaran beliau sehingga tesis ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
6. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M. T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh dedikasi dan ilmu yang diberikan selama penulius menempuh perkuliahan. Semoga Allah melimpahkan *baraakah* kepada Bapak dan Ibu.
8. Bapak Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D. selaku dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
9. Teriring syukur ananda, *matur sembah nuwun kagem* Bapak Zamroni Aly lan Ibu Endah Wahyuni, atas seluruh cinta, kasih sayang, kesabaran, keikhlasan, doa serta semua dedikasi dalam mendidik ananda, semoga Allah membalas cintanya dengan *jannah-Nya, aamiin Allahuma aamiin*.
10. Adinda Azis Fajar Setiawan dan M. Danang M'aruf serta keluarga besar, atas semua doa dan kasih sayangnya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis

ini.

11. Bapak Ismail, M.M. Ketua Lembaga Pendidikan (LP) Ma'arif NU Kota Metro atas semua doa, dukungan, dan nasihat yang diberikan kepada penulis. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
12. Bapak Dr. Mispani Ramli, M.Ag. Rektor Institut Agama Islam Ma'arif NU Kota Metro atas Beasiswa yang diberikan serta semua doa, dukungan, dan nasihat yang diberikan kepada penulis. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
13. *Jazaakumullah ahsanul jaza'a* teruntuk Adinda Vina Ulwiyatul Khajar atas semua doa, dukungan, dan nasihat yang diberikan kepada penulis. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
14. Teruntuk sahabat terbaikku M. Prasetro Ersas, Hapin Afriyani, S. Si., Mbak Ariyanti, Ridho Nahrowi *jazaakumullah khaira'an jaza'a*, terima kasih untuk persaudaraan yang berdasar atas ukhuwah. Semoga Allah limpahkan kebaikan kepada *antum wa antunna*.
15. Rekan kerja penelitian Prof Wasinton *research* Endah Pratiwi, S.Si, Faradilla Syani, S.Si, Yusri, Anton, Yudha, Ruli, Dinan, Debo, vevi, venti, lusi, boru agustina, triB (vero, herma, yunitri), serta adik-adik yang lain terima kasih untuk semua kerjasama dan bantuannya.
16. Rekan-rekan Magister Kimia Angkatan 2015, bu nisa, bu ema, bu eka, bu miranti, bu arum, bus ion dan bu ria terima kasih untuk persaudaraan, cerita dan kenangan yang dibina selama menempuh pendidikan di kampus.
17. Rekan OSN-PTI Pertamina 2013 mas Sudarman Rahman, M.Sc. atas bantuannya dalam analisis XRD di UGM. Semoga Allah membalasnya

dengan kebaikan.

18. Uni Kidas, Mb Liza, Mb Nora, Mb Ani, Pak Gani, dan Pak Man terima kasih atas seluruh bantuan yang diberikan kepada penulis.
19. Seluruh keluarga besar Magister Kimia angkatan 2013-2016.
20. Seluruh keluarga besar Jurusan Kimia.
21. Almamater tercinta, Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan tesis ini masih terdapat kekurangan dan kesalahan, untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi perbaikan penulisan di masa datang. Semoga bermanfaat.

Bandar Lampung, Agustus 2017
Penulis

Hanif Amrulloh ZA

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	x
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	5
C. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Air Tua (<i>Bittern</i>).....	6
B. Magnesium	9
C. Magnesium Hidroksida (Mg(OH) ₂).....	10
D. Pembuatan Magnesium Hidroksida (Mg(OH) ₂).....	12
E. Elektrokimia	17
F. Karakterisasi	21
1. Difraksi Sinar-X (<i>X-Ray Diffraction</i> , XRD).....	21
2. Analisis Ukuran Partikel (<i>Particle Size Analyzer</i> , PSA).....	24
3. Mikroskop Pemindai Elektron (<i>Scanning Electron Microscopy</i> , SEM).....	25
4. Floresensi Sinar-X (<i>X-Ray Fluorescence</i> , XRF)	29
III. METODE PENELITIAN	
A. Tempat dan Waktu Penelitian.....	33
B. Alat dan Bahan	33
1. Alat – Alat.....	33
2. Bahan – Bahan	34
C. Prosedur Penelitian	34
1. Pembuatan Jembatan Garam	34
2. Kontruksi Alat.....	34
3. Elektrolisis Larutan Standar Mg ²⁺	35
4. Elektrolisis Larutan <i>Bittern</i>	35
a. Percobaan dengan <i>Bittern</i> Tanpa Pengenceran	35
b. Percobaan Pengaruh Pencucian.....	36

c.	Percobaan dengan Pengenceran <i>Bittern</i>	36
d.	Penentuan Waktu Optimum Elektrolisis	37
5.	Karakterisasi Mg(OH) ₂	37
a.	Karakterisasi dengan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	37
b.	Karakterisasi dengan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	38
c.	Karakterisasi dengan PSA (<i>Particle Size Analyzer</i>)	39
d.	Karakterisasi dengan XRF (<i>X-Ray Fluorescence</i>)	40
6.	Konversi Mg(OH) ₂ Menjadi MgO	40
7.	Karakterisasi MgO	41
a.	Karakterisasi dengan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	41
b.	Karakterisasi dengan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	42

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A.	Pengantar	43
B.	Pembuatan Jembatan Garam dan Konstruksi Alat	44
C.	Elektrolisis Larutan Standar Mg ²⁺	45
D.	Elektrolisis Larutan <i>Bittern</i>	49
1.	Elektrolisis Larutan <i>Bittern</i> Tanpa Pengenceran	49
2.	Percobaan Pengaruh Pencucian	52
3.	Percobaan dengan Pengenceran <i>Bittern</i>	54
4.	Penentuan Waktu Optimum Elektrolisis	56
E.	Karakterisasi Mg(OH) ₂	58
1.	Karakterisasi dengan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	58
2.	Karakterisasi dengan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	63
3.	Karakterisasi dengan PSA (<i>Particle Size Analyzer</i>)	65
F.	Konversi Mg(OH) ₂ Menjadi MgO	67

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A.	Simpulan	71
B.	Saran	72

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

Lampiran 1.	Skema Penelitian	80
Lampiran 2.	Perhitungan Pembuatan Larutan NaCl 1M	80
Lampiran 3.	Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Mg ²⁺	80
Lampiran 4.	Perhitungan Nilai Konversi Elektrolisis Larutan Mg ²⁺	81
Lampiran 5.	Perhitungan Nilai Konversi Elektrolisis Larutan <i>Bittern</i>	81
Lampiran 6.	Perhitungan Nilai Konversi Elektrolisis Larutan <i>Bittern</i> dengan Pencucian	82

Lampiran 7. Perhitungan Nilai Konversi Elektrolisis Larutan <i>Bittern</i> dengan Pengenceran.....	82
Lampiran 8. Perhitungan Ukuran Butir Kristal Mg(OH) ₂ Melalui Persamaan <i>Scherrer</i>	83
Lampiran 9. Perhitungan Ukuran Butir Kristal MgO Melalui Persamaan <i>Scherrer</i>	83
Lampiran 10. Perhitungan Ukuran Partikel Mg(OH) ₂ Hasil Elektrolisis Melalui Mikrograf SEM.....	84
Lampiran 11. Perhitungan Ukuran Partikel MgO Melalui Mikrograf SEM.....	84

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Contoh berbagai mineral magnesium	9
2. Hasil XRF analisis unsur padatan hasil elektrolisis larutan Mg^{2+}	48
3. Rendemen yang diperoleh dari percobaan elektrolisis larutan Mg^{2+} dengan potensial berbeda.....	48
4. Sifat fisika dan kimia <i>bittern</i>	49
5. Hasil XRF analisis unsur padatan hasil elektrolisis <i>bittern</i>	51
6. Rendemen yang diperoleh dari percobaan elektrolisis <i>bittern</i> pada potensial berbeda.....	51
7. Hasil XRF analisis unsur padatan hasil elektrolisis <i>bittern</i> dengan pencucian	53
8. Rendemen yang diperoleh dari percobaan elektrolisis <i>bittern</i> dengan pencucian pada potensial berbeda.....	54
9. Berat jenis <i>bittern</i> hasil pengenceran	54
10. Hasil XRF analisis unsur padatan hasil elektrolisis pengenceran <i>bittern</i>	55
11. Rendemen yang diperoleh dari percobaan elektrolisis <i>bittern</i> dengan variasi pengenceran	56
12. Hasil penentuan waktu optimum.....	57
13. Puncak-puncak representatif masing-masing difraktogram acuan untuk padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i>	60
14. Persentase fasa kristalin dalam padatan hasil elektrolisis <i>bittern</i>	61
15. Parameter kristal $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i>	62
16. Distribusi ukuran partikel padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i>	66

17. Persentase fasa kristalin dalam padatan MgO.....	68
18. Parameter kristal MgO	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Bagan proses pembuatan garam evaporasi kadar NaCl tinggi.....	8
2. Skema teknologi sintesis $Mg(OH)_2$ dari garam magnesium dan ammonium hidroksida dengan modifikasi	13
3. Proses pembuatan $Mg(OH)_2$ dari mineral bischofite ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$).....	14
4. Satu set sederhana elektrolisis air laut	18
5. Skema dasar XRD	22
6. Difraksi dari bidang kristal	23
7. Difraktogram XRD	24
8. Skema alat <i>Scanning Electron Microscope</i>	27
9. Hamburan elektron yang jatuh pada lembaran tipis.....	28
10. Hasil SEM $Mg(OH)_2$	29
11. Proses sinar-X	31
12. Skema spektrometer XRF DX-95	32
13. Sel elektrolisis 2-kompartemen.....	35
14. Perangkat alat elektrolisis	45
15. Endapan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis	46
16. Grafik pengaruh potensial terhadap massa endapan hasil elektrolisis larutan Mg^{2+}	47

17. Grafik pengaruh potensial terhadap massa endapan hasil elektrolisis <i>bittern</i>	50
18. Grafik pengaruh potensial terhadap massa endapan hasil elektrolisis <i>bittern</i> dengan pencucian	52
19. Grafik hubungan waktu terhadap massa endapan hasil elektrolisis <i>bittern</i> pengenceran 4x dengan potensial 18 volt	58
20. Difraktogram padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i>	59
21. Pola penyempurnaan <i>rietveld</i> padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i> menggunakan program <i>full-prof</i>	61
22. Susunan atom padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i>	63
23. Mikrograf hasil analisis SEM padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i> pada potensial 18 volt, pengenceran 4x dan waktu 4 jam	64
24. Mikrograf SEM lapisan nano heksagonal $Mg(OH)_2$	65
25. Grafik distribusi ukuran partikel padatan $Mg(OH)_2$ hasil elektrolisis <i>bittern</i>	66
26. Difraktogram hasil XRD	67
27. Pola penyempurnaan <i>rietveld</i> padatan MgO menggunakan program <i>full-prof</i>	68
28. Mikrograf hasil analisis SEM padatan MgO	70

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara di dunia yang memiliki kekuatan di bidang maritim. Hal ini dapat dibuktikan dengan luas laut yang dimiliki Indonesia mencapai 5,80 juta km², terdiri dari 0,30 juta km² perairan teritorial, 2,80 juta km² perairan pedalaman dan kepulauan, 2,70 juta km² Zona Ekonomi Eksklusif (ZEE), terdiri lebih dari 17.500 pulau, serta panjang garis pantai mencapai 99,09 km, menyimpan kekayaan yang sangat luar biasa (Pusat data, statistik, dan informasi KKP, 2015). Salah satu potensi laut yang perlu dikembangkan di Indonesia adalah pemanfaatan air tua (*bittern*) yang dihasilkan sebagai limbah dari produksi garam, sebagai gambaran luas tambak garam di Indonesia sekitar 28.556,07 ha (Pusat data, statistik, dan informasi KKP, 2015) dan setiap hektar tambak garam menghasilkan sekitar 320 liter *bittern*/hari (Saputro dkk., 2010), sehingga dalam sehari dapat dihasilkan sekitar 9,10 juta liter *bittern*.

Bittern merupakan cairan pekat (>29 Be) hasil dari limbah tambak garam setelah proses produksi garam, dan mengandung ion Na⁺ (12,81%); Mg²⁺ (3,88%); K⁺ (0,33%) dan ion-ion mikro lainnya (Sani, 2010). *Bittern* umumnya dicampurkan kembali ke dalam air laut bahan pembuatan garam untuk mempercepat proses penguapan. Dewasa ini *bittern* sudah banyak dimanfaatkan dalam banyak sektor

baik secara langsung maupun tidak langsung. Secara langsung *bittern* dimanfaatkan sebagai suplemen minuman (nigari), campuran air untuk berendam, pengawet ikan (Sembiring, 2011) dan koagulan limbah industri (Sutiyono, 2006). Secara tidak langsung *bittern* dimanfaatkan sebagai bahan baku seperti pupuk majemuk (Sidik, 2013; Nadia dkk, 2015), bahan baku produk garam kalium (Ghosh *et al.*, 2014), dan pembuatan senyawa turunan magnesium seperti magnesium oksida (MgO) (Panda and Mahaputra, 1983; Landy and Richard, 2004; Mustafa and Abdullah, 2013), magnesium sulfat (MgSO₄) (Hapsari, 2006; Sani, 2010) dan magnesium hidroksida (Mg(OH)₂) (Alamdari *et al.*, 2008; Suprihatin 2010; Rafie and Mohamed, 2013).

Magnesium hidroksida (Mg(OH)₂) merupakan senyawa yang berperan penting dalam kehidupan manusia karena dimanfaatkan dalam kegiatan industri seperti bahan pengisi kertas, bahan refraktori, proses pemurnian gula, pengeringan produk makanan dan proses pemurnian unsur radioaktif uranium (Dong *et al.*, 2010). Selain itu, dalam bidang farmasi digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan obat maag dimana Mg(OH)₂ berperan sebagai antasida untuk menetralkan asam lambung (Fernandez *et al.*, 2009). Dalam bidang industri, biasanya digunakan sebagai katalis, sorben untuk bahan kimia dan berbagai macam polutan dalam limbah (Gulkova *et al.*, 2004) dan sebagai bahan baku produksi MgO yang digunakan untuk zat antibakteri, zat penetralisasi untuk air limbah industri, serta bahan refraktori (Aphane, 2007).

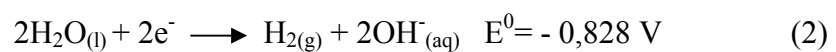
Proses pengubahan Mg²⁺ dalam *bittern* menjadi Mg(OH)₂ umumnya dilakukan dengan penambahan reagen kimia seperti dolomit (Panda and Mahaputra, 1983),

kalsium hidroksida (CaOH) (Balarew *et al.*, 2000), amonium hidroksida (NH₄OH) (Gosh *et al.*, 2007; Gosh *et al.*, 2010; Rafi and Mohamed, 2013), dan natrium hidroksida (NaOH) (Alamdari *et al.*, 2008). Kelemahan dari metode tersebut adalah kelebihan penambahan reagen dapat mengurangi kemurnian Mg(OH)₂, adanya produk sekunder yang dihasilkan dan kurang ekonomis. Pada prinsipnya, Mg²⁺ dapat diubah menjadi Mg(OH)₂ yang tidak larut dalam air dengan mengubah pH larutan hingga bersifat basa, sehingga akan terjadi reaksi :

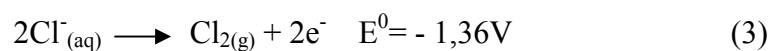


Berdasarkan reaksi di atas, secara prinsip Mg(OH)₂ dapat diperoleh dari *bittern* dengan metode elektrokimia berdasarkan reaksi elektrolisis yang berlangsung sebagai berikut:

Reaksi katoda :



Reaksi anoda:



Ion OH⁻ yang terbentuk di katoda selanjutnya akan bereaksi dengan ion Mg²⁺ menghasilkan Mg(OH)₂. Proses di atas menunjukkan bahwa pengendapan Mg(OH)₂ akan terjadi jika OH⁻ yang terbentuk memiliki konsentrasi yang cukup untuk melampaui hasil kali kelarutan (K_{sp}) Mg(OH)₂. K_{sp} dari Mg(OH)₂ adalah 1,5 x 10⁻¹¹ sehingga magnesium hidroksida akan terbentuk jika pH 10,70-11.

Secara elektrokimia, jumlah OH⁻ yang terbentuk bergantung pada besarnya arus yang dialirkan dalam larutan elektrolit dan waktu elektrolisis. Dalam proses

elektrokimia, potensial berbanding lurus dengan kuat arus, maka jumlah arus akan meningkat jika potensial dinaikkan, sehingga potensial dapat digunakan sebagai variabel kerja dalam proses elektrolisis.

Dalam prakteknya, proses elektrokimia dapat dilangsungkan dalam satu kompartemen atau dua kompartemen. Pada penelitian ini, dilakukan elektrolisis untuk mendapatkan magnesium hidroksida dari larutan *bittern* dengan sistem sel 2-kompartemen. Keuntungan menggunakan sistem sel 2-kompartemen adalah hasil yang didapat memiliki tingkat kemurnian yang lebih baik dibandingkan dengan sistem sel 1-kompartemen. Pada proses elektrolisis dengan sistem sel 2-kompartemen ini dilakukan dua bagian yaitu kompartemen katodik difungsikan sebagai kompartemen larutan *bittern* sekaligus pembangkit ion OH^- untuk membentuk $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan kompartemen anodik difungsikan sebagai kompartemen larutan *bittern* sekaligus pembangkit Cl_2 (Pilson, 1998; Rieger, 1994; Walsh, 2001).

Dalam penelitian ini, percobaan dilakukan dengan sel elektrolisis 2-kompartemen menggunakan NaCl yang disuspensikan dalam agar-agar sebagai jembatan garam yang berguna untuk menjaga kenetralan muatan listrik pada larutan di setiap elektroda melalui difusi ion-ion. Dengan adanya jembatan garam ini maka terjadi pertukaran ion-ion di kedua bagian elektroda, maka ion negatif dari jembatan garam masuk ke salah satu setengah sel yang kelebihan muatan positif dan ion positif dari jembatan garam berdifusi ke bagian lain yang kelebihan muatan negatif. Secara khusus, dalam penelitian ini dilakukan proses elektrolisis pada *bittern* dengan potensial dan tingkat pengenceran yang berbeda, untuk

mempelajari pengaruh potensial dan pengenceran terhadap rendemen $\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang diperoleh. Seperti diketahui sebelumnya bahwa *bittern* merupakan cairan pekat yang mengandung banyak komponen, elektrolit yang pekat dapat mengganggu proses elektrokimia (Hsu, 2005) dan banyaknya komponen dapat mempengaruhi kemurnian $\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang diperoleh, sehingga variabel perlakuan terhadap kemurnian $\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang dihasilkan dapat menggunakan potensial dan tingkat pengenceran yang tepat.

B. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dipaparkan di atas, penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mempelajari pengaruh variabel perlakuan terhadap kemurnian $\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang dihasilkan.

C. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi kelayakan metode elektrokimia untuk menghasilkan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dari *bittern* dan sebagai teknologi untuk mendapatkan nilai tambah dari *bittern*.

II. TINJAUAN PUSTAKA

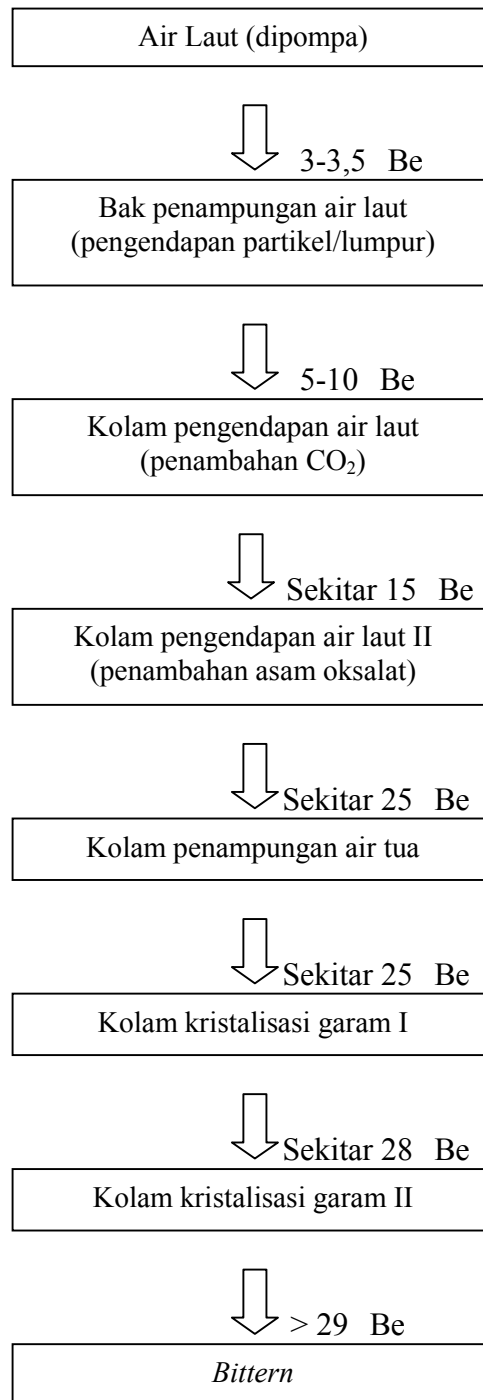
A. Air Tua (*Bittern*)

Air tua (*bittern*) merupakan air limbah yang diperoleh dari proses produksi garam rakyat. *Bittern* hasil produksi garam jumlahnya cukup melimpah dengan perbandingan jumlah garam yang diproduksi dengan *bittern* yang terbuang dalam satu musim adalah 1:3 (Sani, 2010). Dengan jumlah yang cukup melimpah, diperlukan teknologi untuk memanfaatkan *bittern* agar diperoleh produk bernilai ekonomi dan dapat meningkatkan pendapatan petani garam. *Bittern* diperoleh dari sisa endapan garam NaCl hasil dari proses penguapan serta pencucian pada proses pemurnian garam.

Bittern memiliki kandungan mineral seperti magnesium (Mg), natrium (Na), kalsium (Ca), serta garam - garam seperti CaCl_2 , MgCl_2 , MgSO_4 , dan NaCl (Sani, 2010). Pada proses pembuatan garam dihasilkan kristal garam disebut dengan garam krosok yang mengandung zat pengotor seperti ion Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , SO_4^{2-} , I^- dan Br^- . Untuk meningkatkan kualitas garam, perlu dilakukan pemurnian terhadap garam krosok tersebut. Salah satu cara untuk pemurniannya dengan menambahkan bahan pengikat pengotor.

Bahan pengikat pengotor ditambahkan agar garam dapur yang dihasilkan melalui penguapan air laut tidak bercampur dengan senyawa lain yang terlarut, seperti $MgCl_2$, $MgSO_4$, $CaSO_4$, $CaCO_3$, KBr , dan KCl dalam jumlah kecil (Burhanuddin, 2001). Pada proses pembuatan garam, ladang garam dibuat petak - petak dan bertingkat di pinggir pantai. Dengan medan yang bertingkat - tingkat, gaya gravitasi air mengalir ke hilir kapan saja yang dikehendaki. Dari proses tersebut, setiap air laut yang diuapkan sampai kering mengandung mineral seperti $CaSO_4$, KCl , $MgSO_4$, $MgCl_2$, $NaBr$, $NaCl$ dan air dengan berat total 1.025,68 gram. Setelah dikristalisasi, diperoleh garam dapur dengan kepekatan 16,75 - 28,5 Be setara dengan 23,3576 gram dari jumlah bahan baku tersebut diperoleh garam dapur 40,97 % (Burhanuddin, 2001).

Bittern merupakan air limbah dari proses produksi garam rakyat, jumlahnya cukup besar sehingga dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan produk yang bernilai ekonomi dan dapat meningkatkan pendapatan petani garam. Secara langsung *bittern* dimanfaatkan sebagai suplemen minuman (nigari), campuran air untuk berendam, pengawet ikan (Sembiring, 2011) dan koagulan limbah industri (Sutiyono, 2006). Secara tidak langsung *bittern* dimanfaatkan sebagai bahan baku seperti bahan baku pupuk majemuk (Sidik, 2013; Nadia dkk, 2015), bahan baku garam kalium (Ghosh *et al.*, 2014), dan bahan baku pembuatan senyawa turunan magnesium seperti magnesium oksida (MgO) (Panda and Mahaputra, 1983; Landy and Richard, 2004; Mustafa and Abdullah, 2013), magnesium sulfat ($MgSO_4$) (Hapsari, 2006; Sani, 2010) dan magnesium hidroksida ($Mg(OH)_2$) (Alamdari *et al.*, 2007; Suprihatin 2010; Rafie and Mohamed, 2013).



Gambar 1. Bagan proses pembuatan garam evaporasi kadar NaCl tinggi (Purbani, 2000).

B. Magnesium

Magnesium merupakan unsur kedelapan terbanyak di dalam kerak bumi, namun tidak ditemukan sebagai unsur murni, terdapat sebagai mineral dengan komposisi yang berbeda. Berbagai jenis mineral yang mengandung magnesium sudah ditemukan dan dimanfaatkan secara langsung maupun sebagai bahan baku produksi magnesium. Beberapa contoh mineral magnesium disajikan dalam Tabel 1 (Aral *et al.*, 2004; Briggs and Lythe., 1971; Canteford, 1985; Girgis and Girgis, 1969; Mellor, 1924; Rizwan *et al.*, 1999).

Tabel 1. Contoh berbagai mineral magnesium

Nama Mineral	Rumus Kimia
Artinit	$\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
Barringtonit	$\text{MgCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Brusit	$\text{Mg}(\text{OH})_2$
Dolim	$\text{MgO} \cdot \text{CaO}$
Dolomit	$\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$
Dypingit	$4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Epsomit	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
Forsterit	Mg_2SiO_4
Hydromagnesit	$4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Hydrotalsit	$\text{Mg}_6\text{Al}_2 \cdot (\text{CO}_3)(\text{OH})_{16} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Karnalit	$\text{MgCl}_3\text{KCl} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Kieserit	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
Magnesit	MgCO_3
Olivin	$\text{Mg}_2\text{Fe}_2 \cdot \text{SiO}_4$
Nesquehonit	$\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
Spinel	MgAl_2O_4

Magnesium merupakan unsur kimia yang sangat penting karena memiliki manfaat yang sangat luas, baik sebagai unsur maupun sebagai senyawa. Sebagai unsur, logam magnesium dimanfaatkan untuk berbagai tujuan, antara lain (1) bahan alloy ringan dalam otomotif, (2) bahan campuran aluminium, (3) bahan refraktori, dan (4) additif untuk tinta dan produk karet (Mordike and Ebert, 2001). Selain dalam

bentuk unsur, berbagai senyawa magnesium memiliki pemanfaatan yang sangat luas. Salah satunya adalah magnesium hidroksida.

C. Magnesium Hidroksida ($\text{Mg}(\text{OH})_2$)

Magnesium hidroksida ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), juga dikenal sebagai brusit, adalah padatan putih dengan massa molar $58,30 \text{ g mol}^{-1}$ dan kepadatan $2,40 \text{ g ml}^{-1}$. Senyawa ini sulit larut dalam air, dengan kelarutan hanya $0,0012 \text{ g}$ dalam 100 g air pada suhu kamar (Aral *et al.*, 2004). Senyawa ini merupakan senyawa kimia yang sangat penting karena memiliki pemanfaatan yang sangat luas dan beragam.

Magnesium hidroksida memiliki banyak aplikasi diantaranya yaitu netralisasi limbah asam, penghilangan logam berat dari limbah industri, dan untuk pembuangan gas. Magnesium hidroksida dapat digunakan sebagai pengisi asap dan api *retardant* dalam polimer, serta prekursor untuk produksi lain bahan kimia magnesium (Aral *et al.*, 2004).

Sebagai obat, magnesium hidroksida (biasanya disebut 'susu magnesium') digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan obat maag yang berperan sebagai antasida untuk menetralkan asam lambung. Magnesium hidroksida dapat diterapkan dalam pengolahan air limbah industri dengan berat padatan bubuk sekitar 58-62% untuk menaikkan pH larutan asam sehingga ramah lingkungan. Senyawa ini merupakan asam penetral yang lebih aman dalam menetralkan suatu senyawa lain dibandingkan senyawa asam penetral lain seperti soda kaustik (natrium hidroksida) dan kapur, yang umum digunakan dalam netralisasi asam logam pada industri limbah (Aral *et al.*, 2004). Magnesium hidroksida memiliki

keuntungan tambahan yaitu memiliki perubahan pH yang lebih kecil dibandingkan soda kaustik dan kapur. Air limbah yang dicampur dengan magnesium hidroksida secara berlebihan memiliki $\text{pH} < 9-10$, sedangkan penambahan soda kaustik dan kapur secara berlebihan akan menghasilkan $\text{pH} > 12$.

Magnesium hidroksida telah diterapkan pada beberapa aplikasi industri seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Baru-baru ini, penggunaan magnesium hidroksida digunakan sebagai bahan aditif tahan api dan bahan aditif penekanan asap dalam produksi polimer (Hornsby and Watson, 1990; Innes and Cox, 1997; Johnson *et al.*, 1999; Molesky, 1991; Rotheron dan Hornsby, 1996; Zhang *et al.*, 2004).

Magnesium hidroksida sebagian besar digunakan di dunia sebagai *retardant* (Focke *et al.*, 1997), karena tidak mengandung halogen atau logam berat sehingga lebih ramah lingkungan daripada senyawa nyala api *retardant* yang mengandung logam antimon atau terhalogenasi (klorida dan bromida). Meskipun halogenasi nyala api *retardant* sangat efektif dalam pengaruh nyala api, namun penguraian produknya dapat menyebabkan masalah lingkungan, karena terjadi pelepasan uap korosif (Gibert *et al.*, 2000).

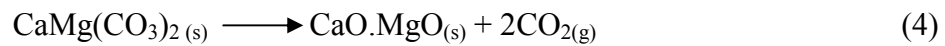
Magnesium hidroksida telah dilaporkan memiliki semua karakteristik yang dibutuhkan untuk menjadi filter tahan api karena tahan asap daripada nyala api *retardant* (Rotheron and Hornsby, 1996). Fungsi magnesium hidroksida sebagai nyala api *retardant* yaitu melepaskan uap air dalam kebakaran dan mengalihkan panas dari api, sehingga mengurangi pembentukan gas yang mudah terbakar, dan

menghambat pembakaran yang dapat menyerap panas serta pendinginan substrat yang dapat terurai menjadi MgO dan uap air.

D. Pembuatan Magnesium Hidroksida (Mg(OH)₂)

Magnesium hidroksida dapat dihasilkan dari mineral yang mengandung magnesium dengan cara menguraikan mineral sumbernya. Sebagai contoh, pembuatan magnesium hidroksida dari dolomit dilakukan dengan tahapan sebagai berikut (Aral *et al.*, 2004).

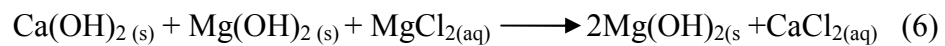
(i) Kalsinasi dolomit



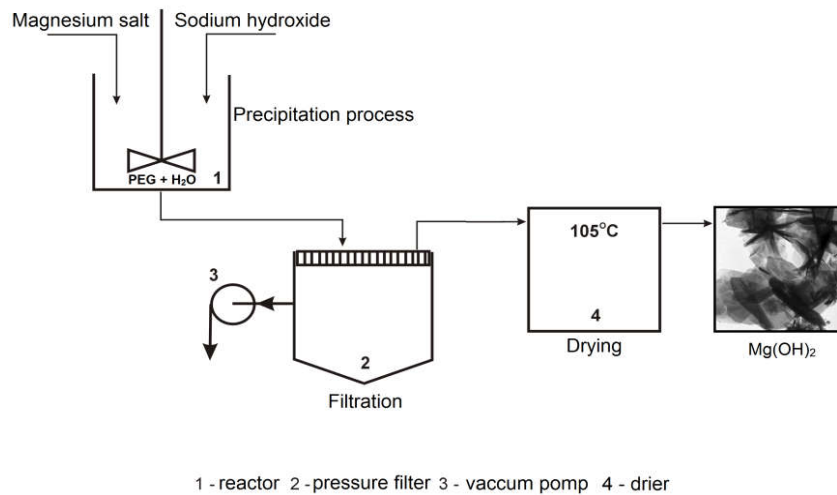
(ii) Slaking dolomit



(iii) Preparasi Mg(OH)₂



Bahan baku lain yang sudah digunakan adalah kieserit (MgSO₄·7H₂O) dengan tahapan pengolahan pada Gambar 2.



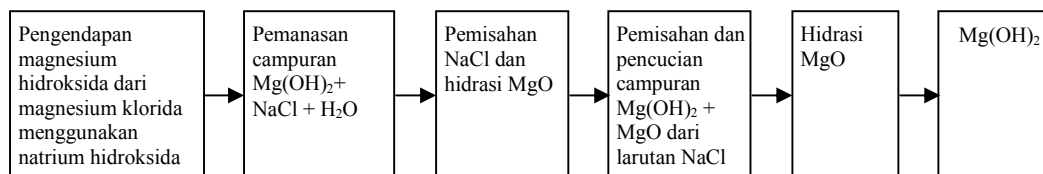
Gambar 2. Skema teknologi sintesis $Mg(OH)_2$ dari garam magnesium dan amonium hidroksida dengan modifikasi (Aral *et al*, 2004).

Pada proses sintesis magnesium hidroksida di atas, substrat yang digunakan yaitu kieserit ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), hidrat magnesium klorida ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), magnesium nitrat ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), dan amonium hidroksida (NH_4OH) sebagai agen presipitasi dan senyawa non ionik dari kelompok poli (etilena glikol) : PEG 200, PEG 400, PEG 8000, dan PEG 20000. Magnesium hidroksida yang diperoleh dari larutan 5% garam magnesium dan diberikan larutan amonium hidroksida untuk mempertahankan jumlah stoikiometri reagen. Presipitasi dilakukan pada suhu $60^\circ C$.

Selanjutnya, bagian dari 200 cm^3 larutan garam magnesium dan 200 cm^3 amonium hidroksida diaduk secara bersamaan dengan ditambahkan 50 cm^3 air, dimana akan ditempatkan dalam reaktor dengan kapasitas 500 cm^3 yang dilengkapi pengaduk kecepatan tinggi (1800 rpm). Reagen lalu diaduk oleh pompa peristaltik dengan laju $2,3\text{ cm}^3/\text{min}$. Reaktor ditempatkan di termosat

(MP14, Julabo) untuk mengontrol suhu konstan. Endapan yang diperoleh dicuci, disaring, dan dikeringkan pada 105 °C selama 8 jam (Pilarska *et al.*, 2012).

Bahan baku lain yang sudah digunakan adalah mineral magnesium klorida heksa hidrat (*bischofite*) ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dengan tahapan pengolahan pada Gambar 3.



Gambar 3. Proses pembuatan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dari mineral *bischofite* ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

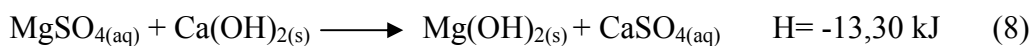
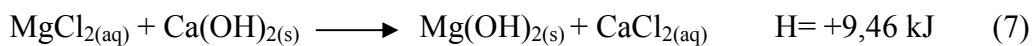
Tahapan yang terjadi adalah mula-mula mineral magnesium klorida heksa hidrat (*bischofite*) dikalsinasi sehingga dihasilkan senyawa MgCl_2 , dan selanjutnya diendapkan dengan menambahkan NaOH sehingga dihasilkan campuran $\text{Mg}(\text{OH})_2$, NaCl dan H_2O . Tahapan berikutnya, campuran tersebut dikalsinasi untuk menghasilkan MgO . Selanjutnya adalah tahapan filtrasi, pada tahapan ini dilakukan filtrasi karena MgO tidak dapat dikonversi ke $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Lalu ditambahkan air dengan campuran MgO dan NaCl (1,8 g MgO + 3,63 g NaCl). Kemudian endapan disaring dan larutan NaCl dicuci dengan air. Filtrasi dilakukan dalam vakum pada corong buchner. Volume bubuk $\text{MgO}_{(s)}$ + $\text{Mg}(\text{OH})_{2(s)}$ + $\text{NaCl}_{(aq)}$ adalah 20 ml dan volume air adalah 20 ml. Kemudian dicuci, didiamkan selama ~ 1 jam dan dikeringkan pada 20 °C (Kondakov, 2007).

Sebelumnya, untuk pembuatan senyawa magnesium dari air laut pertama kali dilakukan pada tahun 1937 dan sekarang telah dioperasikan di seluruh dunia.

Magnesium hidroksida ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) yang diperoleh dengan metode air laut merupakan senyawa awal yang ditemui dalam industri pembuatan magnesia.

Dalam proses pembuatan $\text{Mg}(\text{OH})_2$, garam magnesium dalam air laut direaksikan dengan kalsium hidroksida dimana mineral yang digunakan yaitu dolomit dan dolime (sesudah dikalsinasi), lalu dikalsinasi dan terhidrasi sebelum direaksikan dengan air laut dan terakhir dilakukan pengendapan sehingga terbentuk $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (Cook, 1996).

Selain itu, pembuatan bubuk magnesia atau biasa disebut endapan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dilakukan dengan proses DOW dari air laut melalui beberapa tahapan yakni :1) mineral dolomit dikalsinasi terlebih dahulu, 2) proses slaking, 3) produk hasil slaking direaksikan dengan air laut 4) pemisahan endapan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang terbentuk. Reaksinya adalah:



Dalam tahap 3 yaitu proses pembuatan bubuk magnesia dilakukan proses penambahan natrium hidroksida, yaitu proses hasil slaking direaksikan dengan air laut.

Produk hasil slaking adalah $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang akan bereaksi dengan MgCl_2 dan MgSO_4 yang ada pada air laut sehingga terbentuk produk bubuk magnesia atau $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (Austin, 1996).

Pembuatan magnesium hidroksida dari bahan baku *bittern* telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Panda and Mahaputra (1983) menggunakan dolomit yang telah dikalsinasi untuk menghasilkan $Mg(OH)_2$ dengan rasio perbandingan $MgO + CaO:MgCl_2$ pada rentang 0,66:1 sampai 0,05:1 dan rasio perbandingan batu kapur terkalsinasi $CaO + MgCl_2$ pada rentang 0,66:1 sampai 0,1:1. Percobaan tersebut dilakukan pada suhu 90 °C dan selanjutnya padatan yang dihasilkan dikeringkan pada suhu hingga 200 °C. $Mg(OH)_2$ yang dihasilkan dikonversi menjadi MgO dengan cara dikalsinasi pada suhu 1200 °C.

Ghosh *et al.* (2007) melaporkan salah satu langkah dalam proses pembuatan magnesium hidroksida. Mereka menambahkan NH_4OH ke dalam *bittern* yang mengandung $MgCl_2$ dengan rasio molar $NH_3:MgCl_2$ dari 1,3:1 – 2,0:1, reaksi dilakukan pada suhu 45 - 90 °C selama 5 – 30 menit. Ghosh *et al.* (2010) melaporkan proses preparasi MgO dengan kemurnian tinggi (> 99 %) dari *bittern* dengan cara pembentukan intermediet $Mg(OH)_2$, dihasilkan dari reaksi antara $MgCl_2$ dan NH_4OH .

El Rafie and Mohamed (2013) berhasil mensintesis $Mg(OH)_2$ berukuran nano partikel melalui pengendapan *bittern* yang kaya akan ion magnesium 73 g/L Mg^{2+} dan larutan amonia sebagai agen pengendap. Pengaruh proses pembentukan suspensi $Mg(OH)_2$ dan penambahan radiasi ultrasonik dipelajari dalam sintesis $Mg(OH)_2$ melalui reaksi pengendapan. Morfologi dan struktur produk yang dihasilkan dianalisis menggunakan alat *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)* dan *Thermal Analysis TGA – TDA* digunakan untuk mempelajari dekomposisi

Mg(OH)₂. Hasilnya menunjukkan partikel Mg(OH)₂ dengan amonium sebagai presipitator dan produk yang dihasilkan dimodifikasi dengan gelombang ultrasonik menunjukkan peningkatan luas permukaan dan penurunan ukuran partikel dari Mg(OH)₂. Ukuran nano kristalin diverifikasi dengan bantuan alat *Transmittance electron microscope* (TEM).

E. Elektrokimia

Elektrokimia merupakan salah satu cabang ilmu kimia yang mempelajari tentang perubahan bentuk energi listrik menjadi energi kimia dan sebaliknya. Proses dilakukan melibatkan reaksi redoks. Proses transfer elektron akan menghasilkan dalam sejumlah energi listrik. Dalam elektrokimia ada dua jenis sel, yaitu sel volta dan sel elektrolisis. Persamaan yang umum digunakan untuk mengetahui hubungan antara arus listrik terhadap jumlah mol dalam elektrokimia adalah hukum Faraday, yakni :

$$W = e \cdot i \cdot t / F, \text{ dimana} \quad (9)$$

W = berat zat (gram)

e = berat ekuivalen (Mr/Valensi)

i = kuat arus (A)

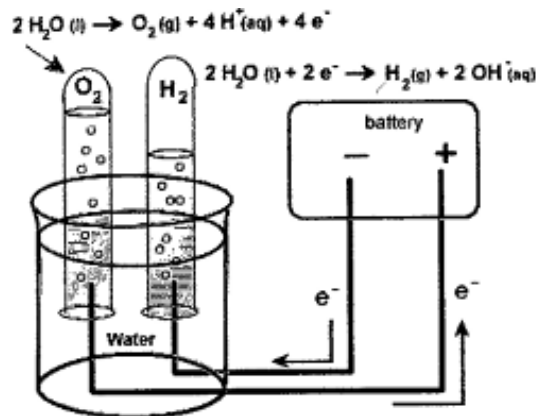
t = waktu (s)

F = tetapan Faraday (96.500 Coulumb)

Elektrolisis adalah proses menguraikan molekul dengan melewati arus listrik melalui elektrolit, dimana senyawa dapat mengantarkan listrik. Peralatan elektrolisis terdiri dari sepasang elektroda tenggelam dalam penghantar elektrolit dilarutkan dalam air. Menurut Grotheer *et al.*, (2006), elektrolisis air merupakan proses menguraikan air dengan suplai arus listrik, untuk menghasilkan elemen

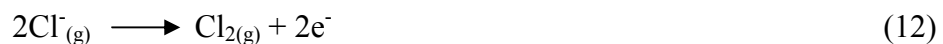
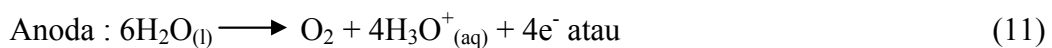
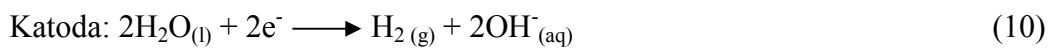
dasar air yaitu hidrogen pada katoda dan oksigen pada anoda seperti disajikan pada Gambar 4.

Dalam elektrolisis air laut, air laut itu sendiri sudah cukup berfungsi sebagai elektrolit untuk menghantarkan listrik. Kandungannya lebih dari 70 unsur garam terlarut dalam air laut, dalam bentuk ion, terutama natrium (Na^+), klorida (Cl^-), sulfat (SO_4^{2-}), magnesium (Mg^{2+}), kalsium (Ca^{2+}) dan kalium (K^+) menjadikan air laut merupakan konduktor yang sangat baik (Badea *et al.*, 2007).



Gambar 4. Satu set sederhana elektrolisis air laut (Bennet, 1980).

Reaksi utama yang terjadi pada sel katoda dan anoda selama proses elektrolisis air laut adalah:

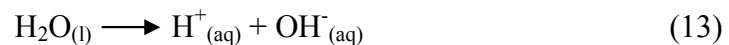


Air laut bisa dielektrolisa untuk menghasilkan hidrogen pada katoda dan baik klorin atau oksigen pada anoda, tergantung pada beberapa faktor seperti bahan

elektroda dan kondisi reaksi. Menurut Badea *et al.* (2007), elektrolisis air laut bisa mengambil tiga rute utama yang adalah:

1. Elektrolisis untuk menghasilkan hidrogen, oksigen dan alkali.
2. Elektrolisis untuk menghasilkan hidrogen, oksigen, klorin dan alkali.
3. Elektrolisis untuk menghasilkan hidrogen dan natrium hipoklorit (NaOCl).

Pada penelitian ini digunakan sel elektrolisis dimana hubungan kuantitatif antara jumlah muatan listrik yang digunakan dan jumlah zat yang terlibat dalam reaksi telah dirumuskan oleh Faraday. Hal ini terjadi karena melibatkan reaksi reduksi-oksidasi yang mengandalkan peran partikel bermuatan sebagai penghantar muatan listrik. Air merupakan elektrolit sangat lemah, yang dapat mengalami ionisasi menjadi ion-ion H^+ dan OH^- .



Oleh karena itu, air adalah media elektrolisis yang baik untuk membuat gas H_2 dan O_2 . Gas H_2 diperoleh pada katoda karena terjadi reaksi reduksi ion H^+ , sedangkan gas O_2 diperoleh pada anoda karena terjadi reaksi oksidasi OH^- .

Metode elektrolisis telah digunakan dalam proses pembuatan $Mg(OH)_2$. Vishnu Kamath and Dinamani (2004) melaporkan pembuatan $Mg(OH)_2$ dengan substrate plat *stainless steel* dari larutan magnesium nitrat ($Mg(NO_3)_2$). Reduksi katoda larutan $Mg(NO_3)_2$ menghasilkan deposit $Mg(OH)_2$ pada katoda *stainless steel*. Pertumbuhan $Mg(OH)_2$ dikontrol dengan variasi waktu dari 5 sampai 60 menit, kuat arus 1 sampai 7 mA cm^{-2} , dan konsentrasi larutan 0,025 – 0,175 M. Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa $Mg(OH)_2$ yang didapatkan berukuran sub-mikron.

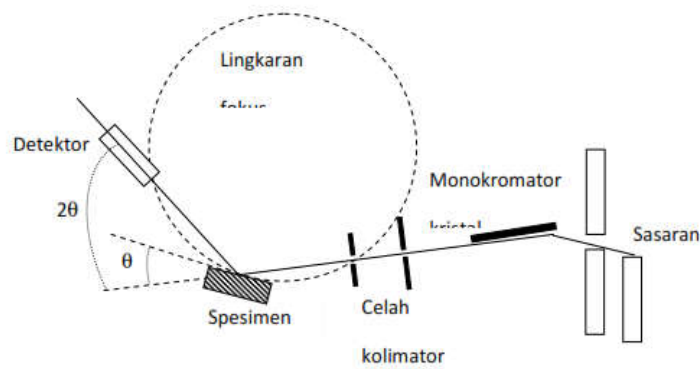
Rahmanto dkk. (2006) melaporkan percobaan ekstraksi magnesium dan sulfat dari sistem larutan $\text{MgSO}_4 - \text{KCl} - \text{H}_2\text{O}$ menggunakan sel elektrolisis 3-kompartemen. Konsentrasi larutan garam yang digunakan adalah 1 M, dimasukkan dalam wadah aquarium dengan kapasitas 417 mL dan dibagi menjadi 3 kompartemen. Setiap kompartemen dipisahkan menggunakan plastik. Kompartemen di tengah tidak diberikan elektroda, kompartemen kanan adalah katoda dan kiri adalah anoda, masing masing kompartemen dihubungkan jembatan polikarboksilat yang diletakkan di bawah kompartemen. Proses elektrolisis dilakukan dengan potensial 6 volt. Hasil yang didapatkan menunjukkan sistem elektrolisis tersebut baik digunakan untuk memisahkan magnesium dan sulfat dari larutan. Magnesium yang dipisahkan dalam bentuk $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan sulfat dalam bentuk H_2SO_4 dengan rendemen 92 %.

Hidayah (2014) melaporkan pengaruh voltase terhadap rendemen magnesium hidroksida dari *bittern* melalui sistem elektrolisis. Proses elektrolisis dilakukan dalam tabung U yang dipisahkan dengan garam KCl, elektroda grafit dan potensial yang terpasang bervariasi yaitu 3, 6, 9, dan 12 volt selama 120 menit. Penggunaan voltase 3 sampai 9 volt meningkatkan endapan $\text{Mg}(\text{OH})_2$ tetapi pada voltase 12 volt terjadi penurunan. Rendemen tertinggi yang dihasilkan sebesar 99,59 %. Hasil analisis kadar magnesium diperoleh sebesar 51,26 %. Spektra IR $\text{Mg}(\text{OH})_2$ hasil elektrolisis menunjukkan kemiripan dengan spektra IR $\text{Mg}(\text{OH})_2$ standar.

F. Karakterisasi

1. Difraksi Sinar-X (*X-Ray Diffraction, XRD*)

Teknik difraksi sinar-X (XRD) sangat berperan penting dalam proses analisis padatan kristalin. XRD merupakan metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, dapat dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman,2000). Elektron-elektron dengan laju tinggi menumbuk suatu bahan akan menghasilkan sinar-X. Teknik difraksi sinar-X dapat digunakan untuk analisis struktur kristal, karena setiap unsur atau senyawa mempunyai pola yang sudah tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui maka unsur tersebut dapat ditentukan. Rancangan skematik spektrometer sinar-X yang didasarkan atas analisis Bragg seberkas sinar-X terarah jatuh pada kristal dengan sudut θ dan sebuah detektor diletakkan untuk mencatat sinar yang sudut hamburannya sebesar θ . Ketika θ diubah, detektor akan mencatat puncak intensitas yang bersesuaian dengan orde n yang divisualisasikan dalam difraktogram. Gambar 5 berikut merupakan skema dari instrumen XRD.



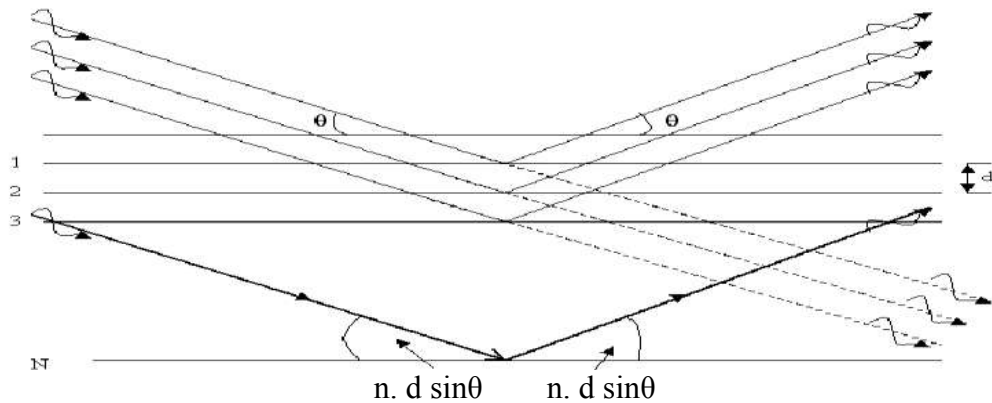
Gambar 5. Skema dasar XRD (Smallman,2000).

Berkas difraksi diperoleh dari berkas sinar-X yang saling menguatkan karena mempunyai fase yang sama. Untuk berkas sinar-X yang mempunyai fase berlawanan maka akan saling menghilangkan. Syarat yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi maka dapat dilakukan perhitungan secara matematis sesuai dengan hukum Bragg.

Hukum Bragg menyatakan bahwa interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang λ , sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (14)$$

Untuk mengetahui keadaan sinar datang dan sinar refleksi dari difraksi suatu bidang kristal dapat dilihat pada Gambar 6. Pemantulan Bragg dapat terjadi jika $\lambda \leq 2d$, karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan n adalah bilangan bulat = 1,2,3,... (Beiser, 1992).



Gambar 6. Difraksi dari bidang kristal (Callister Jr, 2009).

Pada d menyatakan jarak antar lapisan atom atau ion yang berdekatan, λ yang menyatakan panjang gelombang radiasi sinar-X, dan n adalah urutan pantulan. Kristalinitas dapat juga ditentukan dengan XRD melalui perbandingan intensitas atau luasan puncak sampel dengan intensitas atau luasan puncak standar yang ditunjukkan pada persamaan:

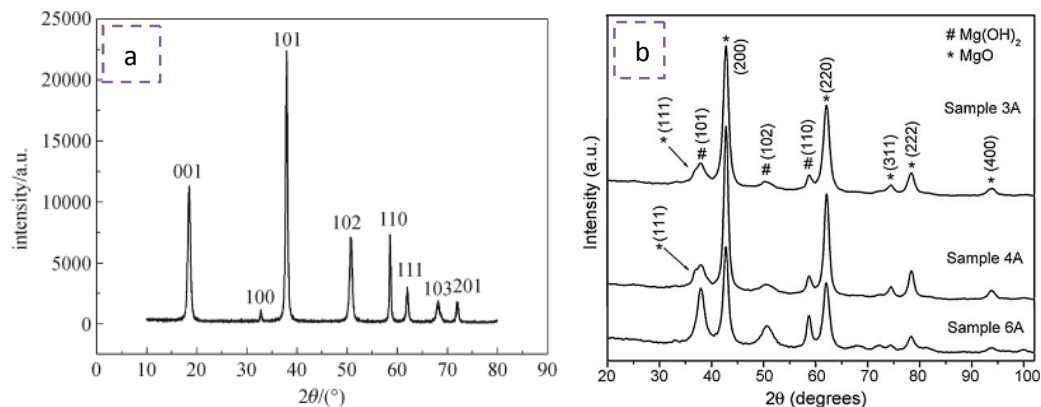
$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{Intensitas puncak hkl sampel}}{\text{Intensitas puncak hkl standar}} \times 100\% \quad (15)$$

Lebar peak XRD adalah merupakan fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran kristal (*crystallite size*) dinyatakan dalam persamaan *Scherrer* berikut (Sijabat, 2013):

$$\text{Ukuran kristal} = \frac{K \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \quad (16)$$

Pada $K = 1.000$, β adalah nilai *full width at half maximum* (FWHM) pada sudut 2θ , dan λ adalah panjang gelombang sinar-x yang digunakan pada $0.154 \text{ nm} / 1.54 \text{ \AA}$ (Wolfovich *et al.*, 2004).

Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi material yang digunakan sebagai katalis, karena banyak material katalis yang berwujud kristal. Berikut disajikan hasil XRD dari $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan MgO pada Gambar 7.



Gambar 7. Difraktogram XRD (a). Difraktogram $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (Song *et al.*, 2013) (b). Difraktogram MgO (Li *et al.*, 2009).

2. Analisis Ukuran Partikel (*Particle Size Analyzer*, PSA)

Untuk mengetahui ukuran partikel suatu material dan distribusinya, dengan seiring berkembangnya ilmu pengetahuan yang lebih mengarah ke era nanoteknologi, para peneliti mulai menggunakan *Laser Ablation Spectroscopy* (LAS). Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan, terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer (Meliyana, 2015). Metode ini menjadi prinsip dasar dalam instrument *Particle Size Analyzer* (PSA).

Prinsip dari *Laser Diffraction* sendiri ialah ketika partikel-partikel melewati berkas sinar laser dan cahaya dihamburkan oleh partikel-partikel tersebut dikumpulkan melebihi rentang sudut yang berhadapan langsung. Distribusi dari

intensitas yang dihamburkan ini yang akan dianalisis oleh komputer sebagai hasil distribusi ukuran partikel (Lusi, 2011).

Contoh alat yang menggunakan metode LAS adalah *Particle Size Analyzer* (PSA).

Pengukuran partikel dengan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode basah menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.

Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar, terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submikron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel yang didispersikan kedalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal).

Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*.

Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

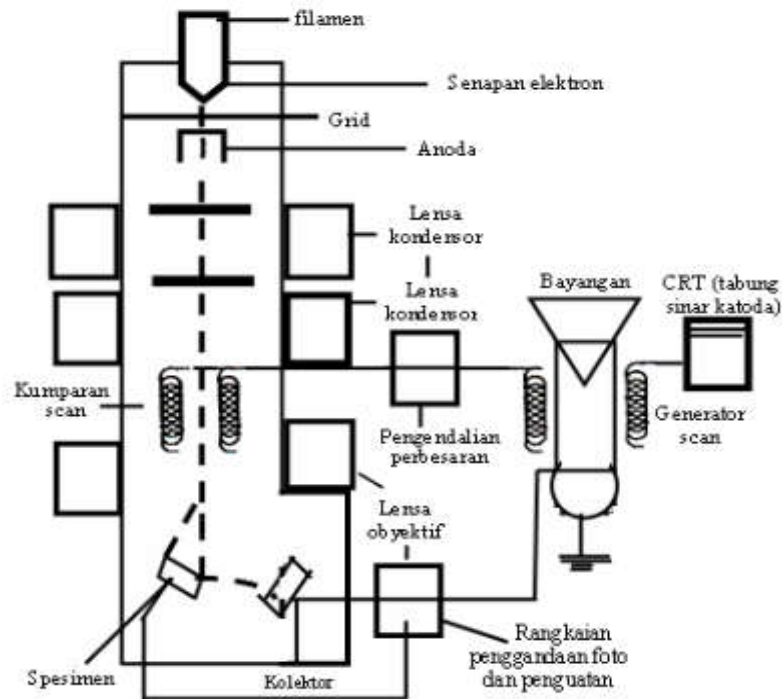
3. Mikroskop Pemindai Electron (*Scanning Electron Microscopy*, SEM)

Untuk melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan pada skala mikrometer atau bahan submikrometer serta menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan satu perangkat alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang dirangkaikan dengan EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*). Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan,

sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat dianalisis dengan menggunakan EDS (Amrulloh,2014).

Komponen utama SEM terdiri dari dua unit, *electron column* dan *display console*. *Electron colomn* merupakan model *electron beam scanning*. Sedangkan *display console* merupakan elektron sekunder yang didalamnya terdapat tabung sinar katoda (CRT). Pancaran elektron energi tinggi dihasilkan oleh *electron gun* yang kedua tipenya berdasar pada pemanfaatan arus. Pancaran elektron pistol termionik tercapai dengan pemanasan tungsten atau filament pada suhu 1500K sampai 3000K.

Prinsip kerja alat ini adalah sumber elektron dari *filament* yang terbuat dari tungsten memancarkan berkas elektron. Jika elektron tersebut berinteraksi dengan bahan (*specimen*) maka akan menghasilkan elektron sekunder dan sinar-X karakteristik. *Scanning* pada permukaan bahan yang dikehendaki dapat dilakukan dengan mengatur *scanning generator* dan *scanning coils*. Elektron sekunder hasil interaksi antara elektron dengan permukaan specimen ditangkap oleh detektor SE (*Secondary Electron*) yang kemudian diolah dan diperkuat oleh *amplifier* dan kemudian divisualisasikan dalam monitor sinar katoda (CRT) (Smallman, 2000). Skema dasar SEM disajikan pada Gambar 8.



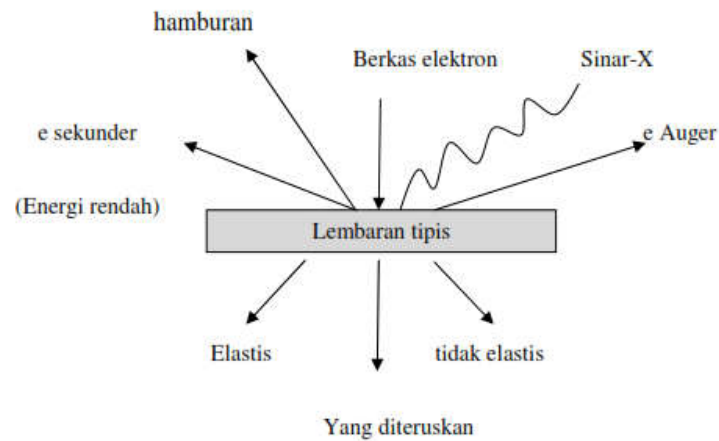
Gambar 8. Skema alat *Scanning Electron Microscope* (Smallman,2000).

Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari CRT dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, karena terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target.

Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor dan selanjutnya dicatat sebagai suatu foto (Wagiyo, 1997).

Struktur suatu material dapat diketahui dengan cara melihat interaksi yang terjadi jika suatu *specimen* padat dikenai berkas elektron. Berkas elektron yang jatuh tersebut sebagian akan dihamburkan sedang sebagian lagi akan diserap dan menembus *specimen*. Bila *specimen* cukup tipis, sebagian besar ditransmisikan dan beberapa elektron dihamburkan secara tidak elastis. Interaksi dengan atom

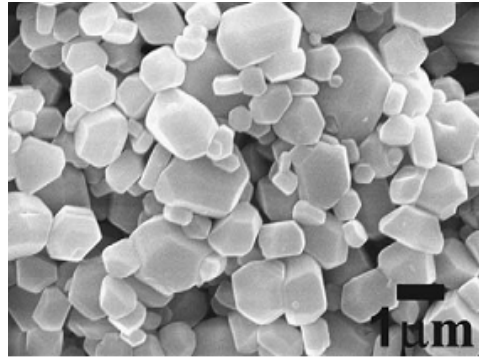
dalam specimen menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X dan elektron auger, yang semuanya dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material. Berikut ini adalah gambaran mengenai hamburan elektron-elektron apabila mengenai *specimen* disajikan pada Gambar 9.



Gambar 9. Hamburan elektron yang jatuh pada lembaran tipis (Smallman,2000).

Interaksi antara elektron dengan atom pada sampel akan menghasilkan pelepasan elektron energi rendah, foton sinar-X, dan elektron auger, yang seluruhnya dapat digunakan untuk mengkarakterisasi material.

Elektron sekunder adalah elektron yang dipancarkan dari permukaan kulit atom terluar yang dihasilkan dari interaksi berkas elektron jatuh dengan padatan sehingga mengakibatkan terjadinya loncatan elektron yang terikat lemah dari pita konduksi. Elektron auger adalah elektron dari kulit orbit terluar yang dikeluarkan dari atom ketika elektron tersebut menyerap energi yang dilepaskan oleh elektron lain yang jatuh ke tingkat energi yang lebih rendah (Smallman,2000). Berikut adalah hasil SEM senyawa magnesium hidroksida ($Mg(OH)_2$) dari *bittern* ditunjukkan pada gambar 10.



Gambar 10. Hasil SEM $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (Li *et al.*, 2009).

4. Floresensi Sinar-X (X-ray Fluorescence, XRF)

Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang dari 10^{-5} - 100 \AA (unit Angstrom, di mana $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$). Sinar-X ditemukan oleh fisikawan Jerman W.E. Röntgen pada tahun 1895. Tidak seperti lampu biasa, sinar-X tidak terlihat tapi dapat melintas di garis lurus, dan memiliki kemampuan untuk menembus bahan yang berbeda pada kedalaman yang berbeda juga (Jenkins and Snyder, 1996 dan Skoog *et al.*, 1998).

Spektroskopi XRF merupakan teknik yang digunakan untuk total penentuan utama dan pengukuran elemen pada emisi sinar-X sekunder setelah sampel padat dibombardir oleh sinar-X utama. Untuk setiap unsur memiliki level energi karakteristik untuk emisi sinar-X sekunder dengan intensitas dari karakteristik emisi konsentrasi. Dalam spektroskopi XRF, untuk menganalisis menggunakan panjang gelombang antara U $K\alpha$ pada $0,10 \text{ \AA}$ (10^{-11} m) dan F $K\alpha$ pada 20 \AA ($2 \times 10^{-9} \text{ m}$). Deskripsi lain dari sinar-X adalah partikel energi yang disebut foton.

Energi foton sinar-X diukur dalam kiloelektron volt (keV), dimana sebuah unit energi diperoleh oleh sebuah elektron ketika dipercepat potensinya 1 volt (1 volt =

$1,602 \times 10^{-19}$ J). Energi foton sinar-X diukur dengan menggunakan hukum Duane-Hunt yang diberikan oleh Nuffield (1966):

$$E = \frac{h \times c}{\lambda} \quad (17)$$

di mana :

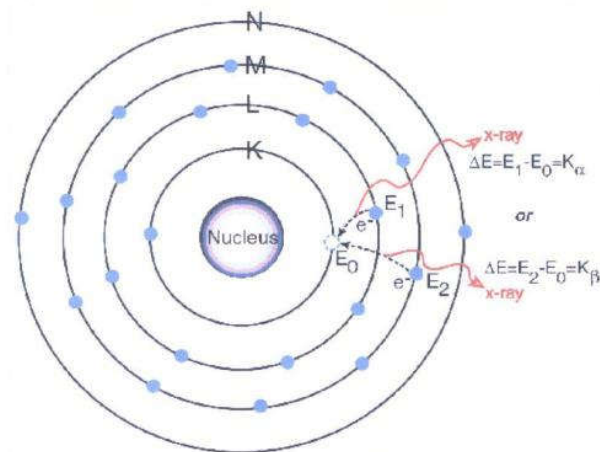
h = konstanta Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ J s)

c = kecepatan cahaya (3×10^8 m s⁻¹)

λ = panjang gelombang (m) ($1 \text{ \AA} = 10^{-10}$ m)

Jadi E (keV) = $12,4 / \lambda$ (Å). Persamaan di atas menunjukkan bahwa semakin tinggi energi, semakin kecil panjang gelombang.

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi daripada energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan merupakan suatu gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (*discreet*) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum *discreet* yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-X karakteristik. Peristiwa tersebut dapat dilihat pada Gambar 11.



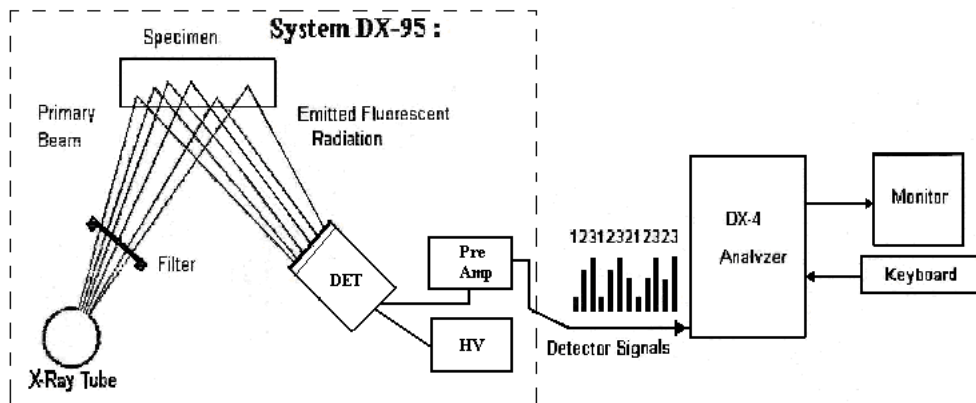
Gambar 11. Proses sinar-X (Whiston, 1987).

Sinar-X karakteristik yang dihasilkan dari peristiwa tersebut ditangkap oleh detektor semi konduktor Silikon Lithium (SiLi). Detektor tersebut dapat berfungsi dengan baik bila temperatur dijaga pada kondisi suhu di bawah 0°C (-115°C) dengan cara merendamnya dalam nitrogen cair. Berdasarkan manual alat, spektrometer XRF mampu mendeteksi unsur-unsur dengan energi karakteristik sinar-X $> 0,840\text{ keV}$ dengan kebolehjadian terjadinya sinar yang dideteksi spektrometer XRF dengan konsentrasi lebih besar dari 0,01 %.

Hasil analisis kualitatif ditunjukkan dalam bentuk spektrum yang mewakili komposisi unsur yang terkandung dalam suatu bahan sesuai dengan energi karakteristik sinar-X masing-masing unsur, sedang analisis kuantitatif dihitung menggunakan metode komparatif.

Prinsip kerja alat XRF adalah fluoresensi sinar-X yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan dari penyinaran sampel dengan sinar-X primer dari tabung sinar-X (*X-ray tube*), yang dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan sebesar 1200 volt.

Bila radiasi dari tabung sinar-X mengenai suatu bahan maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar-X karakteristik. Sinar-X karakteristik ini ditangkap oleh detektor diubah ke dalam sinyal tegangan (*voltage*), diperkuat oleh *Preamp* dan dimasukkan ke analizer untuk diolah datanya. Energi maksimum sinar-X primer (keV) tergantung pada tegangan listrik (kVolt) dan kuat arus (μ Ampere). Fluoresensi sinar-X tersebut dideteksi oleh detektor SiLi (Jenkins, 1999). Pada Gambar 11 ditunjukkan skema analisis sistem menggunakan DX-95.



Gambar 12. Skema Spektrometer XRF DX-95 (Jenkins, 1999).

III. METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 5 bulan yaitu dari bulan Oktober 2016 sampai Februari 2017, bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis kandungan *bittern* menggunakan alat ICP di laboratorium Terpadu Sentra Inovasi dan Teknologi Universitas Lampung. Karakterisasi produk yang terbentuk menggunakan XRD dilakukan di Fakultas Geologi Universitas Gajah Mada Yogyakarta, SEM dilakukan di Universitas Negeri Malang, PSA dilakukan di laboratorium Terpadu Sentra Inovasi dan Teknologi Universitas Lampung, dan analisis XRF dilakukan di Universitas Negeri Padang.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-Alat

Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tabung U (panjang 24 cm dan diameter 1,5 cm), *sentrifuge*, hidrometer skala baume (BE), oven, mortar, neraca analitik digital, spatula, dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium, *Inductively Coupled Plasma* (ICP) Spectro MS, *Scanning Elektron Microscope* (SEM) FEI Inspect-S50, *X-Ray Diffraction* (XRD) PANAnalytical

E'xpert Pro, *X-Ray Fluorescence* (XRF) PANalytical Epsilon 3, dan *Particle Size Analyzer* (PSA) NanoTec Plus Analysette 22.

2. Bahan-Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu larutan *bittern* berasal dari tambak garam di Pamekasan Madura, akuades, bubuk agar-agar (merek dagang swallow), larutan (NaCl) p.a 1M, larutan $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ dengan konsentrasi Mg^{2+} 4% (w/v), dan elektroda karbon dan nikel.

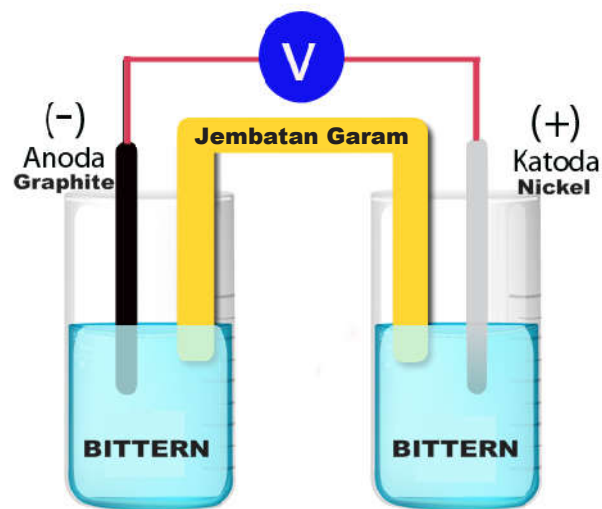
C. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Jembatan Garam

Langkah awal dalam penelitian ini adalah pembuatan jembatan garam. Sebanyak 50 mL larutan NaCl 1M ditambahkan bubuk agar-agar sebanyak 5 gr. Campuran kemudian dipanaskan sambil diaduk hingga mengental. Selanjutnya larutan yang dihasilkan dimasukkan ke dalam tabung U hingga terisi penuh dan didinginkan dalam suhu kamar hingga larutan menjadi gel. Tujuan pembuatan jembatan garam ini untuk menjaga kenetralan muatan listrik pada larutan (Hidayah, 2014).

2. Konstruksi Alat

Alat elektrolisis 2-kompartemen dikonstruksikan dengan bagian kanan adalah kompartemen katodik dengan elektroda nikel dan bagian kiri adalah kompartemen anodik dengan elektroda karbon dengan jembatan garam berada diantara kompartemen katodik dan anodik seperti ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Sel elektrolisis 2-kompartemen (Hidayah, 2014).

3. Elektrolisis Larutan Standar Mg^{2+}

Prosedur elektrolisis larutan standar Mg^{2+} bertujuan untuk mengetahui persen konversi dari metode elektrolisis yang digunakan. Larutan standar Mg^{2+} 4% (w/v) sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam kompartemen katodik. Elektrolisis dilakukan dengan variasi potensial ; 10; 14; 18 dan 22 volt selama 10 jam. Setelah proses elektrolisis selesai, larutan dalam kompartemen katoda dibiarkan selama semalam, dan selanjutnya endapan yang dihasilkan dipisahkan menggunakan sentrifugasi, kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C.

4. Elektrolisis Larutan *Bittern*

a. Percobaan dengan *Bittern* Tanpa Pengenceran

Larutan *bittern* dimasukkan ke dalam kompartemen katodik dan anodik masing-masing 100 mL. Elektrolisis dilakukan dengan variasi potensial 10; 14; 18 dan 22 volt selama 10 jam. Setelah proses elektrolisis selesai, larutan dalam

kompartemen katoda dibiarkan selama semalam, dan selanjutnya endapan yang dihasilkan dipisahkan menggunakan sentrifugasi, kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C.

b. Percobaan Pengaruh Pencucian

Larutan *bittern* dimasukkan ke dalam kompartemen katodik dan anodik masing-masing 100 mL. Elektrolisis dilakukan dengan variasi potensial 10; 14; 18 dan 22 volt selama 10 jam. Setelah proses elektrolisis selesai, larutan dalam kompartemen katoda dibiarkan selama semalam, dan selanjutnya endapan yang dihasilkan dipisahkan menggunakan sentrifugasi, kemudian endapan dicuci menggunakan aquades dingin 18 °C dengan 3 kali pengulangan dan dikeringkan pada suhu 100 °C.

c. Percobaan dengan Pengenceran *Bittern*

Voltase elektrolisis yang dapat menghasilkan endapan dengan hasil terbaik pada percobaan pengaruh pencucian digunakan untuk prosedur percobaan dengan pengenceran *bittern*. Pengenceran *bittern* dilakukan dengan menambahkan akuades dengan tingkat pengenceran 2x, 4x, 6x, dan 8x. Larutan *bittern* yang telah diencerkan dimasukkan ke dalam kompartemen katodik dan anodik masing-masing 100 mL. Elektrolisis dilakukan dengan potensial yang telah ditentukan sebelumnya selama 10 jam. Setelah proses elektrolisis selesai, larutan dalam kompartemen katodik dibiarkan selama semalam, dan selanjutnya endapan yang dihasilkan dipisahkan menggunakan sentrifugasi, kemudian endapan dicuci

menggunakan aquades dingin dengan 3 kali pengulangan dan dikeringkan pada suhu 100 °C.

d. Penentuan Waktu Optimum Elektrolisis

Hasil percobaan pengenceran dengan hasil terbaik digunakan untuk penentuan waktu optimum yang digunakan agar menghasilkan produk $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dengan rendemen terbaik. Larutan *bittern* yang telah diencerkan dimasukkan ke dalam kompartemen katodik dan anodik masing-masing 100 mL. Elektrolisis dilakukan dengan potensial yang telah ditentukan sebelumnya dengan variasi waktu 1, 2, 4, 6, 8, 10, dan 12 jam. Setelah proses elektrolisis selesai, larutan dalam kompartemen katoda dibiarkan selama semalam, dan selanjutnya endapan yang dihasilkan dipisahkan menggunakan sentrifugasi, kemudian endapan dicuci menggunakan aquades dingin dengan 3 kali pengulangan dan dikeringkan pada suhu 100 °C.

5. Karakterisasi $\text{Mg}(\text{OH})_2$

a. Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakteristik dengan XRD dilakukan untuk menganalisis struktur kristalografi sampel $\text{Mg}(\text{OH})_2$, sampel bersifat amorf atau kristalin. Sumber radiasi menggunakan K_α dari Cu. Langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan XRD adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang dianalisis disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan malam (lilin perekat).

2. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian dilekatkan pada sampel *stand* di bagian goniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan scan cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah “Start” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer
6. Sampel dari sampel *holder* diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

b. Karakterisasi dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel. Analisis menggunakan SEM ini dilakukan pada sampel padatan yang dihasilkan. Adapun langkah-langkah dalam uji SEM ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada *specimen holder* (*Dolite, double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada *holder* kemudian dibersihkan dengan *Hand Blower*.

3. Sampel dimasukkan dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada *layer SEM* dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada *layer SEM*.
7. Pemotretan gambar SEM.

c. Karakterisasi dengan PSA (*Particle Size Analyzer*)

Karakterisasi untuk mengetahui ukuran dan distribusi partikel pada katalis yang diperoleh juga sangat penting untuk dilakukan. Analisis ini dilakukan dengan menggunakan instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA). PSA merupakan salah satu instrumen nanoteknologi yang menggunakan metode *Laser Ablation Spectroscopy* (LAS) dalam aplikasinya. Alat ini menggunakan prinsip *Dynamic Light Scattering* (DLS). Metode ini juga dikenal sebagai *Quasi-Elastic Light Scattering* (QELS). Alat ini berbasis *Photon Correlation Spectroscopy* (PCS). Analisis PSA menggunakan metode basah. Sampel $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisi akuades hingga warna indikator pada kontrol *PC* menunjukkan warna hijau pada skala 10-12 secara stabil dan ditunggu beberapa menit selama proses berlangsung.

d. Karakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Analisis menggunakan XRF dimaksudkan untuk mengidentifikasi unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang terkandung dalam $\text{Mg}(\text{OH})_2$ baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Langkah-langkah dalam uji XRF adalah sebagai berikut:

1. Disiapkan sampel yang akan diuji, apakah sampel berbentuk serbuk, cair, atau padatan.
2. Sampel diletakkan di dalam sampel *holder*. Pastikan bagian bawah sampel holder tertutupi seluruhnya oleh sampel karena bagian inilah yang akan ditembaki oleh sinar-X.
3. Setelah sampel siap pada sampel *holder*, tutup Lid dan jalankan XRF menggunakan tombol ON.
4. Analisis akan langsung berjalan dengan menggunakan tombol untuk penyinaran sinar-X. Sampel akan dikenai sinar-X untuk beberapa saat.
5. Sinar-X yang mengenai sampel akan diteruskan ke detektor dan selanjutnya dianalisis unsur-unsur yang terkandung dalam sampel.
6. Pemotretan hasil.

6. Konversi $\text{Mg}(\text{OH})_2$ menjadi MgO

Percobaan konversi $\text{Mg}(\text{OH})_2$ menjadi MgO mengikuti prosedur yang telah dilakukan Yacob *et al.* (2009). Sampel $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dipanaskan pada suhu 600 °C dan ditahan selama 4 jam kemudian didinginkan. Sampel MgO yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi.

7. Karakterisasi MgO

a. Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakteristik dengan XRD dilakukan untuk menganalisis struktur kristalografi sampel MgO, sampel bersifat amorf atau kristalin. Sumber radiasi menggunakan K_{α} dari Cu. Langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan XRD adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang dianalisis disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan malam (lilin perekat).
2. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian dilekatkan pada sampel *stand* di bagian geniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan scan cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah “Start” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer
6. Sampel dari sampel *holder* diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

b. Karakterisasi dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan, ukuran partikel, dan unsur-unsur yang terkandung dalam sampel. Analisis menggunakan SEM ini dilakukan pada sampel MgO yang dihasilkan. Adapun langkah-langkah dalam uji SEM ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada *specimen holder* (*Dolite, double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada *holder* kemudian dibersihkan dengan *Hand Blower*.
3. Sampel dimasukkan dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200 - 400 Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada *layer* SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM.
7. Pemotretan gambar SEM.

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil percobaan menunjukkan bahwa Mg^{2+} dalam *bittern* dapat dikonversi menjadi $Mg(OH)_2$ menggunakan metode elektrokimia.
2. Pengenceran *bittern* dapat meningkatkan rendemen dengan kemurnian yang hampir sama pada semua variasi pengenceran.
3. Kondisi maksimum untuk mendapatkan $Mg(OH)_2$ adalah potensial 18 volt, faktor pengenceran *bittern* 4x, dan waktu elektrolisis 4 jam.
4. Rendemen pada kondisi maksimum adalah 85,59 % dengan kemurnian $Mg(OH)_2$ 91,21 %.
5. Pengotor yang masih terkandung dalam padatan $Mg(OH)_2$ yang dihasilkan adalah NaCl dan $CaCO_3$.
6. Sintering $Mg(OH)_2$ yang dihasilkan pada suhu 600 °C didapatkan MgO dengan kandungan lain $Mg(OH)_2$, NaCl, dan $CaCO_3$.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk mengembangkan proses penghilangan NaCl dan CaCO₃ agar didapatkan Mg(OH)₂ dengan kemurnian yang lebih tinggi dan mempelajari variasi suhu dan waktu kalsinasi sampel Mg(OH)₂ untuk mendapatkan MgO.

DAFTAR PUSTAKA

- Alamdari, A., M. R. Rahimpour, N. Esfandiari, E. Nourafkan. 2008. Kinetics Of Magnesium Hydroxide Precipitation From Sea Bittern. *Chemical Engineering and Processing*. 47 (2008): 215–221.
- Amrulloh, H. 2014. *Sintesis Zeolit Berbasis Silika Sekam Padi dengan Metode Elektrokimia Sebagai Adsorben Rhodamin B*. (Skripsi). Departemen Kimia FMIPA Universitas Lampung. Bandar Lampung. 80 pp.
- Jamshed, A., D. Frenkel, M. G. Noro. Calculation of the Melting Point of NaCl by Molecular Simulation. *The Journal of Chemical Physics*. 118 (2003): 728-745.
- Aphane, M.E. 2007. *The Hydration of Magnesium Oxide with Different Reactivities by Water and Magnesium Acetate*. (Thesis). University of South Africa. Pp 500.
- Aral, H., B.D. Hill, and G.J. Sparrow. 2004. *Salts from saline waters and value added products from the salts*. CSIRO minerals. Clayton. Victoria and Global Geoscience Services. Inc. Adelaide. South Australia. Pp 90.
- Austin, M. 2009. *Industri Proses Kimia*, Edisi Kelima. Erlangga. Jakarta. 135 hlm.
- Badea, G.E., I. Maior, A. Cojocaru, I. Pantea, and T. Badea. 2007. Seawater Electrolysis for Hydrogen Production. *Revue Roumaine de Chimie*. 54(1): 55–61.
- Balarew, C., D. Rabadjieva, and S. Tepavitcharova. 2000. Improved Treatment of Waste Brine. *Proceedings of 8th World Salt Symposium*. 1(2000): 551-554.
- Beiser, A. 1992. *Konsep Fisika Modern Edisi Keempat*. Erlangga. Jakarta. 325 hlm.
- Briggs, C.C, and T. W. Lythe. 1971. Magnesium hydroxide production from brines of seawater. *South African Patent*. Pp 24.
- Burhanuddin. 2001. *Strategi Pengembangan Industri Garam di Indonesia*. Kanisius, Yogyakarta. 239 hlm.
- Canterford, J.H. 1985. Mineral Processing and Extractive Metallurgy. *An Internasional Journal*. 2(2): 57-104.

- Cook, M. 1996. *The Influence of Magnesium Hydroxide Morphology on the Mechanical Properties of Polypropylene*. (Thesis). University of Loughborough. Pp 578.
- Dinamani, M and P. V. Kamath. 2004. Electrosynthesis of Mg(OH)₂ Coatings on Stainless Steel Substrates. *Journal of Applied Electrochemistry*. 34 (1): 899–902.
- Dong, C., J. Cairney, Q. Sun, O. L. Maddan, G. He, and Y. Deng. 2010. Investigation Of Mg(OH)₂ Nanoparticles As An Antibacterial Agent. *Journal. Nanopart. Res.* 12 (1): 2101-2109.
- Fernandez, A.I., L. Haurie, J. Formosa, J. M. Chimenos, M. Antunes, and J. I. Velasco. 2009. Characterization Of Poly(Ethylene-Co-Vinyl Acetate) (EVA) Filled With Low Grade Magnesium Hydroxide. *Polym. Degrad. Stabil.* 94 (1): 57-60.
- Focke, W.W., C. A. Strydom, and N. Bartie. 1997. Thermal analysis of commercial inorganic flame retardants. *South African Journal of Chemical Engineering*. 9(2): 41-51.
- Ghosh, P. K., K. K. Ghara, N. Korat, D. Bhalodia, J. Solanki, and P. Maiti. 2014. Production of Pure Potassium Salts Directly From Sea Bittern Employing Tartaric Acid as a Benign and Recyclable K⁺ precipitant. *Royal Society of Chemistry*. 4(1): 3470-34711.
- Ghosh, P.K., H. Joshi, H. Deraiya, R. Gandhi, K. Dave, J. Langalia, and V. Mohandas. 2007. An Improved Process for the Preparation of Magnesia (MgO). *U.S. Pat. No. WO/2007/088409*. Pp 25.
- Ghosh, P.K., H. Joshi, H. Deraiya, R. Gandhi, K. Dave, J. Langalia, and V. Mohandas. 2010. Process for the Preparation of Magnesia (MgO). *U.S. Pat. No. 7811535B2*. Pp 18.
- Gibert, J.P., J. M. L. Cuesta, A. Bergeret, and A. Crespy. 2000. Study of the degradation of fire-retarded PP/PE copolymers using DTA/TGA coupled with FTIR. *Polymer Degradation and Stability*. 67(3): 437-447.
- Girgis, B.S, and L.G. Girgis. 1969. Surface area and pore structure of talc-magnesite. *Journal of Applied Chemistry*. 19(10): 273-304.
- Grotheer, M., R. Alkire, R. Varjian, V. Srinivasan, and J.W. Weidner. 2006. *Industrial Electrolysis and Electrochemical Engineering*. Interface The Electrochemical Society. Inc. Pennington. NJ. 15(1): 52-54.

- Gulkova, D., O. Solcova, and M. Zdrzil. 2004. Preparation of MgO Catalytic Support in Shaped Mesoporous High Surface Area Form. *Microp. Mesop. Mater.* 76 (1): 137-149.
- Hanke, L. D. 2001. *Handbook of Analytical Methods for Material*. Materials Evaluation and Engineering Inc., Plymouth. Pp 156.
- Hanlon, J. M., B.D. Laura, B. Giulia, A. S. Blane, B. Marek, C. Peter, M. Ian, and H. G. Duncan. 2015. Rapid surfactant-free synthesis of Mg(OH)₂ nanoplates and pseudomorphic dehydration to MgO. *Crystal Eng Community*. 1 (1): 65-73.
- Hidayah, F. F. 2014. Pengaruh voltase terhadap rendemen magnesium hidroksida dari bitterns melalui sistem elektrolisis. *Jurnal Sains Dasar*. 3 (2): 156 – 161.
- Hornsby, P.R, and C. L. Watson. 1990. Study of the Mechanism of Flame Retardance and Smoke Suppression in Polymer Filled with Magnesium Hydroxide Filler. *Polymer Degradation and Stability*. 30(1): 73-87.
- Hsu, S. 2005. Effects of Flow Rate, Temperature and Salt Concentration on Chemical and Physical Properties of Electrolyzed Oxidizing Water. *Journal of Food Engineering*. 66 (1): 171–176.
- Innes, J.D and A. W. Cox. 1997. Compounding High Flame Retardant Loadings into Polyolefins. *Proceedings of the International Conference on Fire Safety*. Canada. Pp 264.
- Jenkins, R and R. Snyder. 1996. *Introduction to X-Ray Powder Diffractometry*. John Wiley and Sons Inc. New York. Pp 258.
- Johnson, F.J., A. G. Pommer, M. S. Vernon, R. M. Winter, W. M. Cross, and J. J. Kellar. 1999. Preparation of magnesium hydroxide surface as a model for flame retardant filler. *Minerals and Metallurgical Processin*. 16(1): 65-68.
- Kondakov, D.F and V. P. Danilov. 2007. Manufacturing of Magnesium Hydroxide from Natural Magnesium Chloride Sources. *Theoretical Foundations of Chemical Engineering*. 8(1): 2–6.
- Landy, L. and A. Richard. 2004. *Magnesia Refractories*. Refractories Handbook. Marcel Dekker Inc. New York, USA. Pp 467.
- Meliyana, L. 2015. *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ dan Silika Sekam Padi dengan Metode Sol Gel untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung. 80 pp.

- Mellor, J.W. 1924. *A comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry*. Longmans. London. Pp 568.
- Molesky, F. 1991. *Proceedings of the International Conference on Fire Safety*. Canada. Pp 264.
- Mordike, B.L. and T. Ebert. 2001. Magnesium. Properties Applications Potential. *Materials Science and Engineering*. 302(1): 37-45.
- Mustafa, A. M. Kh. and W. R. Abdullah. 2013. Preparation Of High Purity Magnesium Oxide From Sea Bittern Residual From Nacl Production In Al-Barsah Saltern, South Iraq. *Iraqi Bulletin of Geology and Mining*. 9 (3): 129-1446.
- Nadia, M., M. Zainuri, M. Efendy. 2015. Prototype Pupuk Multinutrient Berbasis Phospate Berbahan Dasar Limbah Garam (*Bittern*) Sebagai Alternatif Solusi Penumbuh Pakan Alami. *Jurnal Kelautan*. 8 (2): 1907-9931.
- Nuffield, E.W. 1966. *X-ray diffraction methods*. John Wiley and Sons Inc. New York. Pp 145.
- Panda, J. and S. Mahaputra. 1983. *Process for the Production of Magnesium Oxide from Brine or Bittern*. U.S. Pat. No. 4370422. Pp 25.
- Pilson, M.E.Q. 1998. *Chemical Extraction of Useful Substance from Sea Water*. Introduction to the Chemistry of the Sea. Prentice Hall. Pp 350.
- Piralska, A., I. Linda, M. Wysokowski, D. Pauksza, and T. Jesionowski. 2012. Synthesis of Mg(OH)₂ from Magnesium Salts and NH₄OH by Direct Functionalisation with Poly(Ethylene Glycols). *Physicochem. Probl. Miner. Process*. 48(2): 631-643.
- Purbani, D. 2000. Proses Pembentukan Kristalisasi Garam. *Pusat Riset Wilayah Laut dan Sumberdaya Nonhayati*, Badan Riset Kelautan dan Perikanan, Departemen Kelautan dan Perikanan. 135 hlm.
- Pusat Data, Statistika, dan Informasi. 2015. *Kelautan dan Perikanan Dalam Angka 2015*. Kementrian Kelautan dan Perikanan. 176 hlm.
- Rafie, S. H. and M. S. Mohamed. 2013. Precipitation Of Nano-Magnesium Hydroxide From Bittern Using Ultrasound Irradiation. *Der Chemica Sinica*. 4(2): 69-81.

- Rahmanto, W. H., M. Asy'ari, Rame, dan Marihati. 2006. Sel Elektrolisis 3–Kompartemen untuk Ekstraksi Magnesium dan Sulfat dari Sistem Larutan $MgSO_4$ – KCl – H_2O . *Jurnal sains dan kimia analitik*. 9 (1): 1-9.
- Rieger, P.H. 1994. *Electrochemistry 2nd Edition*. Chapman & Hall Inc. New York. Pp 608.
- Rizwan, S., H.Agha., S.A.Aansar., and A.A Khan. 1999. *Proceedings of the International Symposium on Advanced Materials, 6th*. Islamabad. Pakistan. Pp 469.
- Rothon, R.N and P. R. Hornsby. 1996. Flame retardant effects of magnesium hydroxide. *Polymer Degradation and Stability*. 54(2-3): 383-385.
- Sani. 2010. *Proses Pembuatan Magnesium Sulfat dari Bittern dan Asam Sulfat*. (Skripsi). UPN, Jawa Timur. 78 pp.
- Saputro, N. Edrus, S. Hartini, dan A. Poniman. 2010. *Peta Lahan Tambak Garam Indonesia*. Pusat Survei Sumberdaya Alam Laut-Bakosurtanal. Jakarta. 76 hlm.
- Sembiring, N. 2011. *Pemanfaatan dan Usaha Sari Air Laut Berbasis Masyarakat*. Disampaikan pada Seminar Melalui Teknologi Tepat Guna Kita Tingkatkan Produksi dan Kualitas Pergaraman Rakyat. Jakarta. 16 Februari 2011.
- Sidik, R. F. 2013. Variasi Produk Pupuk Majemuk Dari Limbah Garam (Bittern) Dengan Pengatur Basa Berbeda. *Jurnal Kelautan*. 6 (2): 1907-9931
- Skoog, D.A., F. J. Holler, and T. A. Nieman. 1998. *Principles of instrumental analysis 5th Edition*. Harcourt Brace and Company. Florida. Pp 805.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern, Edisi Keempat*. PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta. 147 hlm.
- Song, X., K. Tong, S. Sun, Z. Sun, and J. Yu. 2013. Preparation and Crystallization Kinetics of Micron-Sized $Mg(OH)_2$ in a Mixed Suspension Mixed Product Removal Crystallizer. *Front. Chem. Sci. Eng.* 7(2): 130–138.
- Suprihatin. 2010. Pemanfaatan Air Laut Pada Pembuatan $Mg(OH)_2$ Dengan Penambahan $Ca(OH)_2$ Dari Dolomit. *Jurnal Penelitian Ilmu Teknik*. 10 (1): 19-23.
- Sutiyono. 2006. Pemanfaatan Bittern Sebagai Koagulan Pada Limbah Cair Industry Kertas. *Jurnal Teknik Kimia*. 1 (1): 1-9.

- Svehla, G. 1979. Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis fifth edition. Longman Inc., London and New York. Pp 606.
- Wagiyo dan A. Handayani. 1997. *Petunjuk Praktikum Scanning Electron Microscope, SEM dan Energy Dispersive Spectrometer, EDS*. Badan Tenaga Atom Nasional. Tangerang. 96 hlm.
- Walsh, F.C. 2001. Electrochemical Technology for Environmental Treatment and Clean Energy Conversion. *Pure Appl. Chem.* 73(12): 1819–1837.
- Whitson, C. 1987. *X-Ray Method*. John Wiley and Sons. London. Pp 133.
- Wiles, D. B. and R. A. Young. 1981. A New Computer Program For Rietveld Analysis Of X-Ray Powder Diffraction Patterns. *Journal Applied Crystal.* 14 (1981): 149-151.
- Wolfovich, M.A., M. V. Landau, A. Brenner, and M. Herskowitz. 2004. Catalytic Wet Oxidation of Phenol with Mn-Ce-Based Oxide Catalysts: Impact o Reactive Adsorption on TOC Removal. *Ind. Eng. Chem. Res.* 43 (2004): 5089-5097.
- Yacob, A. R., K. A. A. M. Mohd, S. S. Nur. 2009. Calcination Temperature of Nano MgO Effect on Base Transesterification of Palm Oil. *International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Material, and Metallurgical Engineering.* 3 (8): 408-412.
- Yu, X., T. Hua, X. Liu, Z. Yan, P. Xu, P. Du. 2014. Nickel-Based Thin Film on Multiwalled Carbon Nanotubes as an Efficient Bifunctional Electrocatalyst for Water Splitting. *ACS Applied Mater Interfaces.* 6 (2014): 15395 15402.
- Zhang, J., X. Wang, F. Zhang, and A. R. Horrocks. 2004. *Reactive Polymers Fundamental and Applications A Concise Guide to Industrial Second Edition*. Johannes Karl Fink. Inc. Oxford. Pp 530.