

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia sebagai sebuah negara kepulauan dengan panjang pesisir pantainya yang mencapai 81.000 km. Dengan lautan yang merupakan 70% dari luasan total negara, maka Indonesia menyimpan banyak potensi yang tinggi untuk dimanfaatkan, antara lain adalah dengan pengolahan air laut menjadi garam. Posisi sebagai negara kepulauan dengan laut yang sangat luas menyebabkan setiap daerah berpotensi untuk memproduksi garam (Gustiawati, 2016). Lampung merupakan salah satu daerah yang ada di Indonesia, memiliki garis pantai yang panjang dan hanya digunakan sebagai tempat wisata. Dengan adanya garis pantai yang panjang, sumberdaya alam yang ada juga banyak, tetapi belum dimanfaatkan untuk pembuatan garam secara maksimal.

Garam menjadi salah satu komoditas strategis nasional dengan peran dan fungsi yang dimilikinya. Selain berfungsi sebagai bahan tambahan pangan, garam juga berfungsi sebagai bahan baku bagi industri dalam negeri, garam juga diperlukan di tiap rumah tangga masyarakat. Sementara sebagai bahan baku industri, garam menjadi bahan baku penting bagi industri makanan olahan, industri kimia atau farmasi, industri penyamakan kulit dan industri pengeboran minyak (Rismana,dkk 2014).

Menurut Airlangga (2019), berdasarkan neraca garam nasional, kebutuhan garam nasional tahun 2019 diperkirakan sekitar 4,2 juta ton. Jumlah ini terdiri atas kebutuhan industri 3,5 juta ton, konsumsi rumah tangga 320 ribu ton, komersil 350 ribu ton, serta peternakan dan perkebunan 30 ribu ton. Indonesia pada kenyataannya untuk memenuhi kebutuhan garam masih harus mengimpor dari negara lain. Sementara kebutuhan garam nasional dari tahun ke tahun semakin meningkat seiring dengan penambahan penduduk dan perkembangan industri di Indonesia.

Garam yang kita kenal sehari-hari merupakan campuran senyawa kimia yang sebagian terbesar terdiri dari natrium klorida (NaCl) dan beberapa senyawa

pengotor seperti terdiri dari kalsium sulfat CaSO_4 , magnesium sulfat (MgSO_4) dan magnesium klorida (MgCl_2) (Gustiawati, 2016).

Kualitas garam yang dikelola secara tradisional umumnya masih rendah sehingga harus diolah kembali untuk dijadikan garam konsumsi, garam industri maupun untuk garam farmasi. Pembuatan garam dapat dilakukan dengan beberapa kategori berdasarkan perbedaan kandungan NaCl yang merupakan unsur utama dari garam.

Hingga saat ini, petani garam hanya dapat menghasilkan garam dengan kadar 85-90% NaCl melalui proses evaporasi air laut. Kadar ini masih belum memenuhi standar kualitas garam industri yang membutuhkan garam dengan kadar 98,5%. Adapun standar garam industri dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Standar garam industri

No.	Parameter uji	Satuan	Persyaratan
1.	Kadar air	fraksi massa, %	Maks. 0,5
2.	Kadar NaCl	fraksi massa, %	Min 97
3.	Bagian yang tidak larut dalam air	fraksi massa, %	Maks 0,5
4.	Kadar kalsium (Ca)	fraksi massa, %	Maks 0,06
5.	Kadar magnesium (Mg)	fraksi massa, %	Maks 0,06
6.	Kadar iodium sebagai KIO_3	mg/kg	Min 30
7.	Cemaran logam		
7.1	Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks 0,5
7.2	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks 10,0
7.3	Raksa (Hg)	mg/kg	Maks 0,1
7.4	Arsen (As)	mg/kg	Maks 0,1

Sumber : SNI 8207:2016

Kualitas garam dapat ditingkatkan dengan cara kristalisasi bertingkat, rekristalisasi, dan pencucian garam. Cara yang dapat dilakukan untuk meningkatkan kualitas garam adalah pemurnian dengan penambahan bahan pengikat pengotor. Tanpa adanya proses pemurnian, maka garam dapur yang dihasilkan melalui penguapan air laut masih bercampur dengan senyawa lain yang terlarut, seperti MgCl_2 , MgSO_4 , CaSO_4 (Jumaeri, 2003).

Pada penelitian ini dilakukan proses pemurnian air laut dengan penambahan bahan kimia. Fungsi dari bahan kimia yang digunakan adalah untuk mengikat dan mengendapkan pengotor. Pengotor yang akan dihilangkan antara lain ion Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} yang umumnya berikatan dalam bentuk kalsium sulfat (CaSO_4) magnesium sulfat (MgSO_4), magnesium klorida (MgCl_2) dan lumpur. Penelitian

ini bertujuan untuk menghasilkan garam natrium klorida (NaCl) murni dengan kadar kemurnian lebih tinggi menggunakan proses kimia. Adapun pereaksi yang digunakan adalah natrium karbonat (Na_2CO_3), barium klorida (BaCl_2), natrium sulfida (Na_2SO_3), natrium hidroksida (NaOH) dan flokulan anionik.

Bahan kimia yang digunakan memiliki fungsi untuk menghilangkan pengotor, garam yang dibutuhkan oleh industri memiliki kandungan NaCl yang tinggi, dan kadar pengotor yang rendah, kadar pengotor yang tinggi pada garam tidak diinginkan karena akan menghambat atau mempengaruhi jalannya proses pada industri. Bahan kimia sebagai pengikat pengotor tersebut yaitu natrium karbonat (Na_2CO_3) untuk menghilangkan Ca^{2+} , natrium hidroksida (NaOH) untuk menghilangkan Mg^{2+} , barium klorida (BaCl_2) menghilangkan SO_4^{2-} , flokulan anionik dan natrium sulfida (Na_2SO_3) untuk menghilangkan lumpur. Penelitian ini menggunakan parameter konsentrasi natrium karbonat (Na_2CO_3), natrium hidroksida (NaOH), barium klorida (BaCl_2), flokulan dan natrium sulfida (Na_2SO_3) yang akan dioptimasi. Tahap optimasi dilakukan dengan *Response Surface Method* RSM dan ditentukan respon pengaruh perlakuannya dengan analisis data secara ANOVA.

1.2 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk;

- a. Menentukan dan menganalisa konsentrasi optimal natrium karbonat, barium klorida, natrium sulfida, natrium hidroksida dan flokulan yang optimal terhadap proses pengendapan.
- b. Menentukan dan menganalisa kondisi optimum yang dicari dengan *Response Surface Methodology* (RSM) untuk variasi perlakuan natrium karbonat, barium klorida, natrium sulfida, natrium hidroksida dan flokulan pada proses produksi natrium klorida (NaCl) murni.

1.3 Kerangka Pemikiran

Berdasarkan badan pengkajian dan pengembangan perdagangan garam merupakan komoditas strategis yang digunakan baik untuk masyarakat ataupun industri tetapi kebutuhan garam di Indonesia yang kian meningkat tidak diimbangi dengan kualitas garam yang ada, terutama garam industri. Petani garam Indonesia,

pada umumnya hanya dapat menghasilkan kadar NaCl pada garam sebesar 80-90%, yang hal itu masih jauh di bawah standar SNI garam Industri. Sehingga untuk memenuhi kebutuhan tersebut Indonesia masih melakukan impor garam.

Oleh karna itu pada penelitian ini, dilakukan rekayasa proses pada pemurnian garam dengan menambahkan pereaksi berupa bahan kimia, yang digunakan sebagai pengikat dan pengendap kandungan kotoran yang ada pada air laut, sehingga diharapkan menghasilkan garam dengan kualitas garam baik dan sesuai SNI.

Dengan adanya penelitian sebelumnya, yang telah dilakukan oleh Gemati,(2013) dengan menggunakan pereaksi natrium hidroksida (NaOH) dan natrium karbonat (Na_2CO_3) didapatkan hasil bahwa pereaksi yang digunakan dapat menurunkan kadar pengotor dan kadar NaCl meningkat hingga 98,6%. Penelitian yang telah dilakukan menggunakan garam yang didapatkan dari petani atau dengan menggunakan garam yang telah mengalami proses penguapan.

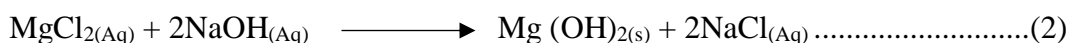
Pada penelitian ini, digunakan air laut yang direaksikan dengan bahan kimia yang berfungsi sebagai pengikat, pengendap pengotor yang terdapat dalam air laut. Bahan kimia yang digunakan memiliki fungsi yaitu natrium karbonat (Na_2CO_3) untuk menghilangkan Ca^{2+} , natrium hidroksida (NaOH) untuk menghilangkan Mg^{2+} , barium klorida (BaCl_2) menghilangkan SO_4^{2-} , flokulan anionik dan natrium sulfida (Na_2SO_3) untuk menghilangkan lumpur. Ion ion umumnya berikatan dalam bentuk kalsium sulfat (CaSO_4), magnesium sulfat (MgSO_4), magnesium klorida (MgCl_2) dan lumpur.

Reaksi yang akan timbul pada percobaan adalah :

- a. Natrium Karbonat (Na_2CO_3) untuk mengikat Ca



- b. NaOH untuk mengikat Mg



- c. Barium Klorida untuk mengikat SO_4



- d. Na_2SO_3 dan flokulan anionik untuk mengendapkan lumpur.

Bahan Baku berupa air laut dilakukan analisis XRF terlebih dahulu untuk melihat kandungan Ca, Mg, SO₄ dan NaCl yang terdapat didalamnya. *Response Surface Methodology* (RSM) digunakan dalam proses penelitian dan didapatkan 32 perlakuan dengan 5 variabel bebas yaitu pereaksi bahan kimia yang digunakan. Setelah dilakukan reaksi maka produk dianalisis dengan menggunakan XRF. RSM dengan menggunakan *Software Design Expert DX.7.0* digunakan untuk menganalisis hasil tiap perlakuan sehingga didapatkan perlakuan yang paling optimal dalam menghasilkan kandungan garam natrium klorida (NaCl).

1.4 Hipotesa

Pada penelitian ini akan dihasilkan kondisi optimal dalam penurunan kadar pengotor yang ada pada garam dan meningkatnya kadar NaCl.

1.5 Kontribusi

Penelitian dengan judul Optimasi Responses Surface Methodology (RSM) Pada Rekayasa Proses Pembuatan Natrium Klorida (NaCl) dari Air Laut Lampung, diharapkan dapat berkontribusi kepada pihak Politeknik Negeri Lampung, pembaca, dan masyarakat. Kontribusi kepada pihak Politeknik Negeri Lampung adalah membantu dalam penyediaan data yang dapat digunakan sebagai referensi. Kontribusi bagi yang membaca adalah menjadi bahan perkembangan terhadap pengolahan proses dalam pembuatan garam.

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan informasi tentang perlakuan yang efektif dalam menurunkan kadar pengotor pada air laut sehingga didapatkan produk NaCl dengan kadar tinggi.

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Air laut

Laut merupakan air yang menutupi permukaan tanah yang sangat luas dan umumnya mengandung garam dan berasa asin. Biasanya air mengalir yang ada di darat akan bermuara ke laut, sehingga air laut merupakan kumpulan air asin dalam jumlah yang banyak dan luas yang menggenangi dan membagi daratan atas benua atau pulau.

Air laut memiliki kadar garam yang berasal dari akumulasi garam yang terdapat di dalam batu-batuan dan tanah, contohnya mineral natrium, kalium, dan kalsium. Apabila air sungai mengalir ke lautan maka air membawa garam. Ombak laut yang memukul pantai juga dapat menghasilkan garam yang terdapat pada batu-batuan. Lama-kelamaan air laut menjadi asin karena banyak mengandung garam. Air laut merupakan campuran dari 96,5% air murni dan 3,5% material lainnya seperti garam-garaman, gas-gas terlarut, bahan-bahan organik dan partikel-partikel tak terlarut. Air laut memiliki kadar garam rata-rata 3,5%. Artinya dalam 1 liter (1000 mL) air laut terdapat 35 gram garam dalam bentuk NaCl dan senyawa lainnya, air laut juga berbeda-beda kandungan garamnya (Syafanti,2003).

2.2 Garam

Dalam ilmu kimia, garam adalah senyawa ionik hasil reaksi dari ion positif (kation) dan ion negatif (anion), sehingga membentuk senyawa netral (tanpa bermuatan). Garam terbentuk dari hasil reaksi asam dan basa. Komponen kation dan anion ini dapat berupa senyawa anorganik dan dapat berupa senyawa organik. Kelarutan garam dalam air adalah sebesar 35,9 g/100 ml (25° C).

Garam terdiri dari beberapa jenis, yaitu garam asam, garam basa dan garam netral. Garam yang terhidrolisa dan membentuk ion hidroksida ketika dilarutkan dalam air maka dinamakan garam basa. Garam yang terhidrolisa dan membentuk ion hidronium di air disebut sebagai garam asam. Garam netral adalah garam yang bukan garam asam maupun garam basa. (Arifin,2011)

2.3 Garam Natrium klorida (NaCl) Murni

Natrium klorida (NaCl) merupakan garam yang paling banyak ditemukan di dunia. NaCl murni berbentuk kristal kubik berwarna putih dengan sifat fisik seperti berbentuk kristal, berwarna putih sampai tidak berwarna, memiliki densitas 2,165 g/ml, dengan massa molekul 58,44 g/mol.

Senyawa NaCl mengandung pengotor berupa magnesium klorida, magnesium sulfat, kalsium klorida, kalsium sulfat, dan air. Pengotor-pengotor ini dapat berada di permukaan kristal maupun terjebak di dalam kisi kristal. Pengotor di permukaan kristal umumnya direduksi dengan proses pencucian, sedangkan pengotor di dalam kristal umumnya direduksi dengan cara rekristalisasi, yaitu dengan melarutkan kristal kemudian mengkristalkannya kembali (Setyoprato dkk., 2003). Cara lain untuk mereduksi pengotor di dalam kristal adalah dengan *hydromilling*, dimana kristal garam dikecilkan ukurannya atau dipecah, sehingga pengotor di dalam kristal dapat dipisahkan (Witono, 2017). Menurut (Rusiyanto, 2013) ada 3 jenis garam dan penggunaannya, yaitu :

1. Garam konsumsi adalah garam dengan kadar NaCl 94,7% atas dasar berat kering dengan kandungan impuritis sulfat, magnesium dan kalsium maksimum 2% dan sisanya adalah kotoran (lumpur, pasir) dengan kadar air maksimal 7%.
2. Garam konsumsi terbagi menjadi 3 jenis: (1) food atau *high grade*, yaitu garam konsumsi mutu tinggi dengan kandungan NaCl 97% kadar air dibawah 0,05%, warna putih bersih, butiran kristal yang sudah dihaluskan. Garam jenis ini digunakan untuk garam meja, industri penyedap makanan, industri makanan mutu tinggi, industri sosis dan keju, serta industri minyak goreng; (2) *medium grade*, yaitu garam konsumsi kelas menengah dengan kadar NaCl 94,7-97% dan kadar air 3-7% untuk garam dapur dan industri menengah seperti kecap, tahu, pakan ternak; (3) *low grade*, yaitu garam konsumsi mutu rendah dengan kadar NaCl 90-94,7%, kadar air 5-10%, warna putih kusam, digunakan untuk pengasinan ikan dan pertanian.

3. Garam industri perminyakan adalah garam yang memiliki kadar NaCl antara 95-97%, impurities sulfat maksimum 0,5%, impurities Calcium maksimal 0,2% dan impurities maksimum 0,3% dengan kadar air 3-5%.

Rusiyanto (2013) juga menjelaskan tentang garam industri yaitu garam yang digunakan dalam industri kulit, tekstil dan pabrik. Garam jenis ini memiliki kadar NaCl > 95%, impuritis sulfat maksimum 0,5%, impuritis kalsium maksimum 0,2% dan impuritis magnesium maksimum 0,3% dengan kadar air 1-5%. Garam industri *Chlor Alkali Plant (CAP)* dan industri farmasi adalah garam dengan kadar NaCl diatas 98,5% dengan impurities sulfat, magnesium, kalium dan kotoran yang sangat kecil. CAP memiliki kadar NaCl diatas 98,5%, impuritis maksimum 0,2%, impurities kalsium maksimum 0,1% dan impuritis magnesium maksimum 0,06%. Garam jenis ini digunakan untuk proses kimia dasar pembuatan soda dan klor. *Pharmaceutical Salt* memiliki kadar NaCl diatas 99,5% dengan kadar impurities mendekati 0. Garam jenis ini digunakan untuk pembuatan cairan infus serta cairan mesin cuci ginjal serta analisis kimia.

2.3.1 Proses permurnian garam

Untuk memperoleh garam industri dengan standar yang diinginkan maka dibutuhkan proses pengolahan lebih lanjut. Beberapa penelitian yang pernah dilakukan berkenaan dengan proses pemurnian garam umumnya melibatkan proses pengendapan (Widayat, 2009; Lesdantina, 2009; Sulistyarningsih, dkk, 2010; Mayasari, 2011). Berbagai bahan pengendap yang ditambahkan ke dalam larutan garam untuk mengendapkan pengotor. Selanjutnya, larutan garam yang sudah bersih diuapkan kembali untuk mendapatkan kristal garam.

Peningkatan kualitas garam bertujuan untuk meningkatkan kandungan natrium klorida (NaCl) sehingga sesuai untuk penggunaannya. Secara umum peningkatan kualitas garam dapat dilakukan melalui perbaikan kualitas air laut sebagai bahan baku, perbaikan fasilitas produksi, dan perbaikan setelah garam dihasilkan. Peningkatan kualitas garam melalui garam yang sudah dihasilkan dapat dilakukan secara kimia dan fisika, secara kimia dengan penambahan bahan kimia seperti natrium karbonat (Na_2CO_3), dinatrium phosphate (Na_2HPO_4), natrium hidroksida (NaOH), barium klorida (BaCl_2), kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) dan

sebagainya, sedangkan pengolahan secara fisika meliputi proses pencucian, kristalisasi atau *evaporasi*, dan *reverse osmosis* (Sumada *et al.*, 2016).

Rauhailah (2019) menyatakan bahwa pengotor pada garam dapat dihilangkan dengan penambahan NaOH yang dapat mengubah $MgCl_2$ dan $MgBr_2$ menjadi $Mg(OH)_2$ yang mengendap. Penambahan natrium karbonat mengubah $CaCl_2$ menjadi endapan $CaCO_3$. Menurut Gemati (2015) Ca^{2+} dapat dihilangkan dari air garam melalui proses kristalisasi bertingkat yaitu fraksi utama $CaCO_3$ dan $CaSO_4$ diendapkan dari larutan garam.

Lesdantina (2009) telah melakukan penelitian pemurnian larutan garam (brine) dengan penambahan natrium karbonat dan polialuminium klorida, ion Ca^{2+} diendapkan sebagai $CaCO_3$ dan polialuminium klorida berperan sebagai flokulan yang dapat meningkatkan kemurnian garam dari pengotornya. Polialuminium klorida (PAC) merupakan salah satu flokulan yang paling efektif dalam proses pemurnian air, karena dapat meningkatkan pertumbuhan ukuran flok dan mempercepat proses agregasi partikel.

2.4 Bahan Kimia yang digunakan untuk pemurnian senyawa NaCl

2.4.1 Natrium Sulfida

Natrium Sulfida dengan rumus kimia Na_2SO_3 dengan sifat fisika dan kimia padatan, berupa serbuk kristalin, serbuk solid, kristal solid. Berwarna putih kecoklatan, tidak berbau atau berbau sulfur. Berat molekul 126,04 g/mol, Titik didih $>212^\circ F$ ($>100^\circ C$), Titik lebur: terdekomposisi pada pemanasan tinggi, pada $>500^\circ C$ (932°), rumus molekul Na_2SO_3 , Kelarutan dalam air 12,5%, larut dalam air dingin, air panas, gliserol, dan hampir tidak larut dalam alkohol.

Sodium Sulfida (Na_2SO_3) adalah senyawa berbentuk padatan kristalin yang berwarna putih kecoklatan, tidak berbau atau berbau sulfur yang banyak digunakan pada berbagai industri. Kegunaan natrium sulfida antara lain :

1. Pada industri fotografi digunakan untuk melindungi larutan pengembang dari oksidasi.
2. Pada industri tekstil digunakan sebagai pemutih (*bleaching*) dan deklorinasi.
3. Pada industri karet/lateks digunakan sebagai agen anti koagulan.

4. Digunakan pada manufaktur kimia sebagai agen sulfonasi dan untuk memproduksi natrium tiosulfat.
5. Penggunaan lainnya yaitu dalam flotasi biji, pemulihan minyak, pengawet makanan, pembuatan pewarna, dan detergen.
6. Dalam industri pengolahan air digunakan sebagai agen pereduksi klorin dan oksigen.

2.4.2 Natrium karbonat (Na_2CO_3)

Natrium karbonat adalah garam natrium netral dari asam karbonat yang bersifat higroskopis. Natrium karbonat merupakan salah satu bahan baku paling penting yang digunakan dalam industri kimia dan telah dikenal manusia sejak zaman kuno. Natrium karbonat mempunyai banyak kegunaan diantaranya dalam pembersihan dan pembuatan kaca.

Natrium karbonat merupakan salah satu garam natrium dari asam karbonat yang mudah larut dalam air. Natrium karbonat yang murni pada umumnya berwarna putih, berupa bubuk tanpa warna yang dapat menyerap embun dari udara, mempunyai rasa yang pahit, dan dapat membentuk larutan alkali yang kuat. Dalam karbonat terdapat ikatan kovalen antara karbon dan oksigen.

2.4.3 Natrium Hidroksida

Natrium hidroksida (NaOH) juga dikenal sebagai soda kaustik atau sodium hidroksida yang merupakan jenis basa logam kaustik. Natrium hidroksida digunakan di berbagai macam bidang industri, kebanyakan digunakan sebagai basa dalam proses produksi bubur kayu dan kertas, tekstil, air minum, sabun dan deterjen.

Natrium hidroksida murni berbentuk putih padat dan tersedia dalam bentuk pelet, serpihan, butiran ataupun larutan jenuh 50%. Natrium hidroksida sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan. Natrium hidroksida juga larut dalam etanol dan metanol, walaupun kelarutan NaOH dalam kedua cairan ini lebih kecil daripada kelarutan KOH . Larutan natrium hidroksida akan meninggalkan noda kuning pada kain dan kertas.

Sifat fisika NaOH menurut Perry (1984) adalah memiliki sifat fisik yaitu berat molekul 40 g/mol, titik leleh 323°C, titik didih 1390°C, densitas 1090,41 kg/m³, wujud padat kristal higroskopis dan berwarna putih. NaOH merupakan zat berwarna putih dan rapuh dengan cepat dapat mengabsorpsi uap air dan CO₂ dari udara, kristal NaOH berserat membentuk anyaman. NaOH mudah larut dalam air, jika kontak dengan udara akan mencair dan jika dibakar akan meleleh.

2.4.4 Barium Klorida (BaCl₂)

Barium klorida adalah senyawa anorganik dengan rumus BaCl₂. Barium klorida menemukan aplikasi luas di laboratorium. Hal ini umumnya digunakan sebagai tes untuk ion sulfat. Dalam industri, barium klorida terutama digunakan dalam pemurnian larutan air garam, pada tanaman klorin kaustik dan juga dalam pengerasan baja, dalam pembuatan pigmen, dan dalam pembuatan garam barium lainnya. BaCl₂ juga digunakan dalam kembang api untuk memberikan warna hijau terang. Namun, toksisitasnya membatasi penerapannya.

Molekul rumus BaCl₂, massa molar 208,23 g/mol (anhidrat) 244,26 g/mol (dihidrat), penampilan putih padat, kepadatan 3,856 g/cm³ (anhidrat) 3,0979 g/cm³ (dihidrat), titik lebur 962 °C- 960°C (dihidrat), titik didih 1560°C, kelarutan dalam air 31,2 g/100 ml (0°C) 35,8 g/100 ml (20°C) 59,4 g/100 ml (100°C), kelarutan larut dalam metanol, larut dalam etanol, etil asetat.

2.4.5 Flokulan

Flokulasi berasal dari bahasa latin flokulare yang artinya membentuk suatu flok yang secara visual menyerupai suatu tumpukan dari wol atau struktur pori-pori yang banyak seratnya. Mekanisme flokulasi dengan polielektrolit adalah dengan cara adsorpsi dan jembatan antar partikel. Flokulasi yang bergantung pada keberadaan senyawa yang bertindak sebagai jembatan di antara partikel-partikel koloid yang menyatukan partikel-partikel tersebut dalam suatu massa yang lebih besar yang disebut jaringan flok. Jadi flokulasi adalah suatu proses pembentukan flok di mana terbentuk agregat atau gumpalan besar yang dapat dengan mudah dipindahkan dari larutan. Sedangkan flokulan adalah suatu zat atau senyawa yang dapat ditambahkan untuk terjadinya flokulasi. Flokulan biasanya merupakan

polimer dengan berat molekul yang tinggi dan membentuk rantai yang cukup panjang untuk mengurangi gaya tolak-menolak di antara partikel-partikel koloid.

Bila molekul polimer bersentuhan dengan partikel koloid maka beberapa gugusnya akan teradsorpsi pada permukaan partikel dan sisanya tetap berada dalam partikel. Meiyasaroh (2019) proses flokulasi terdiri dari tiga langkah yaitu :

- 1) Pelarutan reagen melalui pengadukan cepat (1 menit : 100 rpm)
- 2) Pengadukan lambat untuk membentuk flok-flok (15 menit : 20 rpm)
- 3) Penghapusan flok-flok dengan koloid yang terkurung dari larutan melalui sedimentasi (15 – 20 menit : 0 rpm) .

Flokulan merupakan zat kimia yang berfungsi sebagai pembentuk flok pada suatu proses. Proses dengan ditambahkan flokulan dinamakan flokulasi. Flokulasi merupakan proses pembentukan flok, yang pada dasarnya pengelompokan/aglomerasi antara partikel dengan koagulan (menggunakan proses pengadukan lambat atau *slow mixing*). Pada flokulasi terjadi proses penggabungan beberapa partikel menjadi flok yang berukuran besar. Partikel yang berukuran besar akan mudah diendapkan.

Koagulan dapat berupa garam-garam anorganik atau organik. Polimer adalah senyawa senyawa organik sintetis yang disusun dari rantai panjang molekul-molekul yang lebih kecil. Koagulan polimer ada yang kationik (bermuatan positif), anionik (bermuatan negatif), atau nonionik (bermuatan netral).

2.5 Industri Klor Akali

Industri klor alkali atau industri NaOH yaitu industri yang selain menghasilkan NaOH juga menghasilkan klor (Cl_2) sebagai produk utamanya. Kebutuhan NaOH di Indonesia terus meningkat terutama digunakan dalam industri kertas, sabun dll. Kebutuhan NaOH di Indonesia sampai saat ini masih ditunjang dengan impor dari luar negeri, pada kenyataannya Indonesia yang merupakan negara kepulauan kaya akan NaCl yang merupakan bahan baku dalam pembuatan NaOH dengan proses elektrolisis.

Klor alkali merupakan proses elektrolisis yang berperan penting dalam industri manufaktur dan pemurnian zat kimia. Produk yang dihasilkan dari industri

klor alkali adalah Cl_2 , H_2 serta NaOH sebagai hasil dari elektrolisis larutan garam (NaCl). Garam merupakan komoditi terbesar di Indonesia. Garam didefinisikan sebagai suatu kumpulan kimia yang bagian utamanya adalah natrium klorida (NaCl) dengan zat-zat pengotor yang ada didalamnya.

Ketersediaan bahan baku dalam pembuatan NaOH di Indonesia saat ini masih minim. Hal ini dikarenakan minimnya perusahaan yang memproduksi garam industri tersebut, sehingga untuk memenuhi kebutuhan garam industri Indonesia masih mengimpor garam industri dari luar negeri.

2.6 Response Surface Methodology (RSM)

Response Surface Methodology adalah suatu metode yang menggabungkan teknik matematika dengan teknik statistika yang digunakan untuk membuat model dan menganalisis suatu respon yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas atau faktor, dengan tujuan mengoptimalkan respon tersebut (Montgomery, 2012). Dengan menyusun suatu model matematika, peneliti dapat mengetahui nilai variabel independen yang menyebabkan nilai variabel respon menjadi optimal.

Menurut Faulina,dkk. (2011) ada beberapa hal yang perlu diperhatikan jika melakukan teknik analisis response surface. Hal pertama yang perlu dilihat adalah bentuk persamaannya apakah merupakan fungsi berorde satu atau fungsi berorde dua. Jika ternyata fungsi yang terbentuk berorde dua selanjutnya yang perlu dilihat adalah sifat percobaan yang akan dilakukan apakah *sequential* atau *nonsequential*. Kedua hal diatas sangat berpengaruh terhadap prosedur perancangan yang akan dibuat. Untuk fungsi yang berorde satu, rancangan percobaannya cukup dengan menggunakan 2 kali faktorial dimana setiap perlakuan memiliki dua level perlakuan. Jika dibandingkan dengan rancangan *response surface* yang berorde dua, maka rancangan *response surface* yang berorde satu lebih sedikit membutuhkan unit percobaan, yaitu sebanyak $2k$ unit percobaan dimana k menyatakan banyaknya faktor perlakuan.

Untuk response surface yang berorde dua, rancangan percobaannya menggunakan *Central Composite Design* (CCD) atau *box-behnken design* yang memerlukan jumlah unit percobaan lebih banyak dari pada rancangan $2k$ faktorial (*response surface* berorde satu).

Analisis regresi pada RSM dilakukan dengan uji hipotesis secara serentak dan individual. Uji serentak adalah uji secara keseluruhan. Uji individual dilakukan masing-masing faktor. Hipotesis nol pada analisis regresi menunjukkan bahwa tidak ada pengaruh dari faktor yang diuji terhadap variabel respon yang dipilih. Titik optimum yang diestimasi oleh level yang ditentukan saat eksperimen biasanya berada jauh dengan titik optimum sebenarnya. Pergeseran level faktor dilakukan untuk mencari titik optimum yang sebenarnya. Metode tersebut dikenal dengan metode *steepest ascent* atau *steepest descent*.

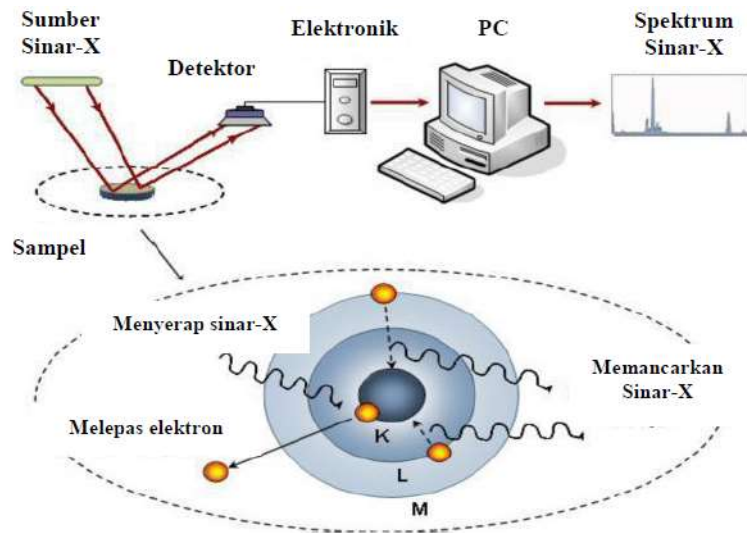
2.7 X-Ray Fluorescence (XRF)

Sinar-X ialah gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang sekitar 10^{-10} m. Gelombang elektromagnetik ini memiliki spektrum elektromagnetik yang berada diantara spektrum sinar γ dan ultra violet. Sinar-X didapatkan dari reaksi suatu logam yang dikenai atau ditumbuk oleh rangkaian berkas elektron berenergi tinggi dengan percepatan 30.000 V. Hasil dari tumbukan tersebut yaitu radiasi sinar putih akibat elektron mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energi yang hilang hasil pengurangan kecepatannya tersebut dikonversi menjadi energi foton (West, 1999).

XRF merupakan salah satu metode analisis non-destruktif yang digunakan untuk analisis unsur dalam suatu bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh adanya spektrum unsur pada energi Sinar-X karakteristiknya. Sedangkan analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum. Analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar. Pada analisis kuantitatif, faktor-faktor yang mempengaruhi yaitu bahan, kondisi kevakuman serta konsentrasi unsur dalam bahan, pengaruh unsur ini memiliki energi karakteristik yang berdekatan dengan energi karakteristik yang dianalisis (Jenkin dkk., 1995).

Prinsip dasar XRF adalah Sinar-X dari tabung Sinar-X (sumber isotop) akan mengenai sampel. Dalam sampel akan terjadi pelepasan elektron pada kulit K. Elektron dari kulit L dan M akan mengisi kekosongan elektron pada kulit K yang

menyebabkan pelepasan energi berupa foton atau memancarkan Sinar-X. Sinar-X dari sampel akan dikirim ke detektor yang akan didinginkan baik secara elektrik atau dengan cairan nitrogen. Sinyal dari detektor akan diproses dan dikirim ke komputer yang kemudian ditampilkan dalam bentuk spektrum (Girard, 2010). Berikut ini disajikan skema dari XRF dalam Gambar 1



Gambar 1. Skema XRF (Girard, 2010)

Dalam analisis kuantitatif, faktor-faktor yang berpengaruh dalam analisis antara lain matriks dari sampel (bahan), kondisi kevakuman, dan konsentrasi unsur dalam bahan serta pengaruh unsur yang mempunyai energi karakteristik berdekatan dengan energi karakteristik unsur yang akan dianalisis. Syarat sampel yang dapat dianalisis dengan XRF yaitu apabila sampel berbentuk serbuk, ukuran serbuk tidak boleh melebihi 200 mesh, untuk serbuk padatan, permukaannya yang dilapisi akan meminimalisir efek penghamburan dan sampel harus datar untuk menghasilkan analisis kuantitatif yang optimal. Sedangkan untuk cairan, sampel harus segar ketika dianalisis dan analisis dilakukan secara cepat jika sampel mudah menguap, selain itu sampel juga tidak boleh mengandung endapan (Girard, 2010).

XRF memiliki beberapa kelebihan yakni memiliki akurasi yang relatif tinggi, dapat menentukan unsur dalam bahan atau material tanpa adanya standar, dapat menentukan kandungan mineral dalam bahan biologis maupun dalam tubuh secara langsung, dapat dengan mudah mengidentifikasi komponen utama dalam

sampel (bahan) yang sederhana dan dapat memperoleh perkiraan konsentrasinya. Kelebihan lainnya yaitu XRF dapat memberikan efek yang cukup penting untuk banyak aplikasi antara lain untuk memperoleh akurasi yang tinggi, mengidentifikasi komponen dengan konsentrasi rendah, dan dapat digunakan pada sampel yang sangat bervariasi. Sedangkan beberapa kelemahan yang dimiliki XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti dan tidak dapat menentukan struktur dari atom yang membentuk material itu (Girard, 2010).

2.7 Penelusuran Penelitian

Penelitian terkait yang sudah pernah dilakukan menjadi acuan dalam melakukan penelitian, sehingga dapat mengkaji, membandingkan dan memperkaya landasan teori dalam pelaksanaan penelitian, serta bertujuan untuk menghindari plagiarisme dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Beberapa penelitian yang telah dilakukan, disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Kajian Penelitian terdahulu

Sumber dan tahun	Judul Jurnal	Metode	Bahan Pengikat	Hasil
Sulistyaningsih, Triastuti, Warlan Sugiyo, and Sri Martini Rahayu Sedyawati	Pemurnian garam dapur melalui metode kristalisasi air tua dengan bahan pengikat pengotor Na_2CO_3, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, NaHCO_3 (2010)	Penambahan Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ pada air tua lalu dilakukan proses pengendapan dan diuapkan hingga membentuk garam.	Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, NaHCO_3 99,5 %	Kadar NaCl sebelum dimurnikan sebesar 80,117 % meningkat menjadi 96,460 %.
Jumaeri, Jumaeri, Triastuti Sulistyaningsih, and Wisnu Sunarto	Inovasi pemurnian garam (natrium klorida) menggunakan zeolit alam sebagai pengikat impuritas dalam	Garam dilakukan proses pelarutan dengan zeolit, campuran dimasukkan kedalam orbital shaker, kemudian saring, filtrat yang diperoleh diuapkan dan dikeringkan	Zeolit teraktivasi HCl dengan variasi ukuran	kadar NaCl tertinggi terdapat pada penggunaan zeolit dengan ukuran yang paling

	prose kristalisasi (2017)	selama 2 jam pada temperatur 110°C.		besar (10/20 mesh), yaitu 99%.
Tansil, Yumarta, Yuyun Belina, and Tri Widjaja	Produksi Garam Farmasi dari Garam Rakyat (2016)	Pelarutan kembali garam rakyat dengan kadar 85,6%, kemudian direaksikan dengan NaOH, BaCl ₂ , dan Na ₂ CO ₃ selama 1 jam, kemudian tambahkan flokulan, filtrat dinetralisis dengan HCL, kemudian dikristalisasi dalam kondisi vakum.	NaOH, BaCl ₂ , Na ₂ CO ₃ , flocculan dan HCL.	Didapatkan NaCl dengan kandungan 99%.
Gemati, Akustika, Gunawan Gunawan, and Khabibi Khabibi	pemurnian garam NaCl melalui metode rekristalisasi garam krosok dengan penambahan Na₂CO₃, NaOH dan polialuminium klorida untuk penghilangan pengotor Ca²⁺ dan Mg²⁺ (2015)	Sebanyak 310 gram garam krosok dilarutkan ke dalam akuades dengan pemanasan pada suhu 70°C. kemudian ditambahkan Na ₂ CO ₃ 20 % w lalu NaOH kemudian diaduk dengan kecepatan dan waktu yang konstan lalu diendapkan, kemudian disaring. Larutan diendapkan, kemudian penambahan flokulan <i>Polyaluminiumchloride</i> (PAC).	Na ₂ CO ₃ , NaOH dan PAC	Diperoleh garam dengan kadar NaCl sebesar 98,62%
Agustina Leokristi, Rositawati, Metasari Taslim Citra, and Soetrisnanto Danny	Rekritisasi garam rakyat dari daerah demak untuk mencapai SNI garam Industri	Membuat larutan garam krosok jenuh pada 30° C, ditambahkan Na ₂ CO ₃ untuk mengendapkan ion Ca, NaOH hingga PH =12 untuk mengendapkan ion Mg dan koagulan untuk	Na ₂ CO ₃ , NaOH, PAC.	Kadar NaCl yang diperoleh pada garam hasil rekritisasi disertai preparasi

		mengendapkan padatan tersuspensi.		dengan waktu kristalisasi 1,5 jam dengan kadar 99.96%.
Rukmana, Mutiara Dewi, and Jumaeri Jumaeri	Pemurnian garam dapur dengan metode rekristalisasi dengan Zeolit alam sebagai bahan pengikat impurities	Menguapkan larutan garam hingga kepekatannya 24,5° Be kemudian dikristalisasi dan dihitung kadar air, kadar NaCl, dan kadar ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} dengan menggunakan AAS.	Zeolit	Zeolit yang telah lolos ayakan 50 mesh dan tertahan 40 mesh. Kadar NaCl tertinggi 96,11% dengan Dengan waktu kontak selama 5 jam. Kadar NaCl terbesar adalah 95,93%, dengan dosis sebanyak 3 g. Didapatkan kadar NaCl 96,21%
Martina, Angela, and Judy Retti Witono	Pemurnian garam dengan metode Hidroekstraksi batch	Pengeringan kristal garam bahan baku menggunakan oven. Kemudian dilakukan Analisis garam bahan baku. Pembuatan larutan garam jenuh. Pemurnian garam dengan metode hidroekstraksi batch.	aqua dm, NaCl, AgNO ₃ , EDTA, CaCO ₃ , HCl, NH ₄ Cl, NH ₄ OH, KCN, MgSO ₄ .7H ₂ O, indikator EBT, indikator murexide, dan KOH.	kadar NaCl tertinggi, yaitu 98,34% diperoleh pada ukuran partikel terkecil (-20+30 mesh).
Widayat, Widayat	Production of industry Salt with	Tahap pembuatan larutan natrium stearat, proses	Natrium stearat, NaOH	Nilai konsentrasi

sedimentation	– reaksi, proses penyaringan	NaCl
microfiltration	dan proses pembentukan	maksimum
Process:	kristal garam. Pembuatan	sebesar
optimazation of	natrium stearat dilakukan	96,19% atau
temperature and	dengan cara mereaksikan	temperatur
Concentration by	asam stearat dengan	sebesar 81,54°C
using surface	natrium hidroksida.	atau
response		konsentrasi
methodology		natrium stearat 13,11 %(v/v).
