

## Optimization of Barium Sulfate Crystal Control with Additives and Stirring using Response Surface Methodology

Husna Zaka Anshori<sup>1</sup>, Kamaliatul Fajria<sup>1</sup>, dan Novel Karaman<sup>2✉</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur.

<sup>2</sup>Program Studi Magister Ilmu Lingkungan, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur.

Jl. Raya Rungkut Madya, Gunung Anyar, Surabaya, Jawa Timur 60294, Telp :+62 (031) 870 6369

### Info Artikel

Diterima : 06-02-2025

Disetujui : 21-04-2025

Dipublikasikan : 29-08-2025

#### Keywords:

Barium sulfat

Box Behnken Design

Response Surface Methodology,

Seng Klorida

### Abstrak

Kristal barium sulfat merupakan padatan kristal yang melekat kuat pada permukaan material, sehingga pertumbuhan kristal barium sulfat perlu dikendalikan. Beberapa cara untuk mengurangi pembentukan kristal barium sulfat adalah dengan menambahkan zat aditif dan mengatur kecepatan pengadukan serta waktu pencampuran. Penelitian ini menggunakan model *Box Behnken Design* dengan metode *Response Surface Methodology* untuk menentukan variabel penambahan zat aditif, kecepatan, dan waktu pencampuran. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  dengan beberapa konsentrasi zat aditif 0, 12, 24 ppm, kecepatan pengadukan 0, 240, 480 rpm dan waktu pencampuran 25, 75, 125 menit terhadap berat kristal barium sulfat yang diperoleh.  $\text{BaSO}_4$  3000 ppm terbentuk dengan mereaksikan antara larutan  $\text{BaCl}_2$  dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  pada suhu  $50^\circ\text{C}$ . Hasil penelitian menghasilkan model matematika yang dapat memprediksi kondisi optimum untuk perolehan berat kristal barium sulfat. Kondisi optimum yang diperoleh dari hasil optimasi yaitu konsentrasi  $\text{ZnCl}_2$  sebesar 24 ppm, kecepatan pengadukan 48,48 rpm, dan waktu pencampuran selama 25 menit dengan berat kristal 0,22727 gram.

### Abstract

Barium sulfate crystals are solid crystalline deposits that strongly adhere to material surfaces, thus the growth of barium sulfate crystals needs to be controlled. Several approaches to reduce the formation of barium sulfate crystals include the addition of chemical additives, as well as the regulation of stirring speed and mixing time. This study employs the Box-Behnken Design (BBD) model combined with the Response Surface Methodology (RSM) to evaluate the variables of additive concentration, stirring speed, and mixing time. The objective of this research is to determine the effect of  $\text{ZnCl}_2$  additive concentration (0, 12, and 24 ppm), stirring speed (0, 240, and 480 rpm), and mixing time (25, 75, and 125 minutes) on the weight of barium sulfate crystals formed. A 3000 ppm  $\text{BaSO}_4$  solution was synthesized through the reaction of  $\text{BaCl}_2$  and  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  at a temperature of  $50^\circ\text{C}$ . The results of this study produced a mathematical model capable of predicting the optimum conditions for obtaining barium sulfate crystal weight. The optimal conditions obtained from the optimization process were a  $\text{ZnCl}_2$  concentration of 24 ppm, stirring speed of 48.48 rpm, and mixing time of 25 minutes, resulting in a crystal weight of 0.22727 grams.

## Pendahuluan

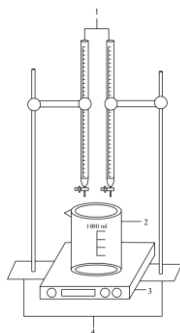
Kristal barium sulfat merupakan padatan kristal yang melekat kuat pada permukaan material (Fairiza *et al.*, 2023). Kelarutan barium sulfat yang rendah menyebabkan kristal ini mudah terbentuk ketika ion barium dan sulfat terkandung dalam air. Keberadaan kristal ini dapat menyebabkan pembentukan kerak, yang mengurangi diameter pipa dan menghambat aliran fluida (Fatra *et al.*, 2020). Oleh karena itu, pengendalian pertumbuhan kristal barium sulfat sangat penting. Salah satu metode untuk mengurangi pembentukan kristal ini adalah dengan menambahkan zat aditif, yang dapat menghambat pertumbuhan kristal (Fairiza *et al.*, 2023). Dalam penelitian ini, zat aditif yang ditambahkan yaitu seng klorida, karena seng ( $\text{Zn}^{2+}$ ) ketika berikatan dengan sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) akan membentuk seng sulfat ( $\text{ZnSO}_4$ ) yang sifatnya mudah larut dalam air (Ngatin & Sihombing, 2021), selain itu pengendalian kristal barium sulfat dilakukan dengan 3 faktor yaitu konsentrasi zat aditif, kecepatan pengadukan, dan waktu pencampuran. Ketiga faktor ini, yaitu konsentrasi zat aditif, kecepatan pengadukan, dan waktu pencampuran, memiliki pengaruh signifikan terhadap karakteristik kristal barium sulfat. Oleh karena itu, diperlukan pendekatan optimasi yang mampu mengevaluasi interaksi antar faktor secara efisien. Penelitian ini menggunakan model Box-Behnken Design (BBD) dengan pendekatan Response Surface Methodology (RSM) karena model ini efektif untuk mengurangi jumlah eksperimen tanpa mengorbankan akurasi hasil (Nursal *et al.* 2019)

RSM adalah metode optimasi yang digunakan untuk mengevaluasi dua atau lebih faktor yang memengaruhi respons, dengan mempertimbangkan interaksi antar faktor untuk mencapai kondisi optimal dalam pengendalian kristal barium sulfat (Agustian & Hermida, 2018). Keunggulan Box Behnken Design adalah efisiensinya, karena tidak memerlukan banyak data eksperimen dan waktu yang lama, sementara tetap memungkinkan pengamatan interaksi antar parameter (Wyantuti *et al.*, 2020). Berbeda dari penelitian sebelumnya yang lebih banyak menggunakan metode satu variabel dalam studi kristalisasi barium sulfat (Ngatin & Sihombing, 2021), penelitian ini menawarkan pendekatan multivariat untuk mengoptimalkan proses secara menyeluruh. Selain itu, penambahan  $\text{Zn}^{2+}$  sebagai aditif dalam sistem kristalisasi barium sulfat dengan pendekatan BBD-RSM belum banyak diteliti, sehingga menjadi nilai kebaruan dalam studi ini. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$ , kecepatan pengadukan dan waktu pencampuran terhadap pengendalian kristal barium sulfat menggunakan RSM, dengan harapan menemukan kondisi optimum untuk meminimalkan pembentukan kristal dengan mempertimbangkan faktor-faktor tersebut.

## Metode

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu buret sebagai tabung berisi larutan barium klorida dan natrium sulfat, klem dan statif sebagai alat penyangga buret, gelas kimia sebagai tempat pencampuran larutan barium sulfat. magnetic stirrer digunakan sebagai pemanas dan pengadukkan larutan barium sulfat, oven sebagai alat pengering kristal dan bahan yang digunakan yaitu barium klorida (merck) dan natrium sulfat (merck) sebagai bahan untuk membentuk kristal barium sulfat. Seng klorida sebagai zat aditif dan aquadest sebagai pelarut.



**Gambar 1.** Rangkaian alat pengendalian kristal barium sulfat

## Prosedur

Dalam penelitian ini, hal pertama yang harus yaitu menyiapkan dan memastikan rangkaian alat yang akan digunakan dapat berfungsi dengan baik. Selanjutnya, membuat larutan barium klorida dan natrium sulfat dengan konsentrasi 3000 ppm, mereaksikan larutan barium klorida dan natrium sulfat masing-masing sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam buret yang berbeda, serta larutan zat aditif berupa seng klorida disiapkan dengan konsentrasi yang telah ditentukan. Volume zat aditif yang ditambahkan sebesar 5 ml pada saat awal pencampuran. Percobaan dilakukan dengan memperhatikan faktor yang telah ditentukan, yaitu konsentrasi zat aditif sebesar 0, 12, 24 ppm, kecepatan pengadukan sebesar 0, 240, 480 rpm, dan waktu

pencampuran selama 25, 75, 125 menit. Setelah pencampuran selesai, larutan barium sulfat yang terbentuk kemudian disaring untuk memperoleh kristal dan filtrat. Kristal hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C, kemudian ditimbang. Berat kristal barium sulfat dalam penelitian ini akan dioptimasi menggunakan *Response Surface Methodology* dengan model *Box-Behnken Design* menggunakan aplikasi *Minitab-19*. Analisis ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dari pengaruh konsentrasi zat aditif (ppm), kecepatan pengadukan (rpm), dan waktu pencampuran (menit) terhadap berat kristal barium sulfat, dengan tujuan menghasilkan berat kristal yang paling rendah dan dianalisis lebih lanjut menggunakan berbagai teknik karakterisasi untuk memahami sifat fisik dan kimianya secara mendalam. Analisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* akan dilakukan untuk mempelajari morfologi permukaan kristal serta menentukan komposisi unsur-unsur yang ada (Sahdiah & Kurniawan, 2023). Selain itu, pengujian menggunakan *X-Ray Diffraction* juga akan dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristalografi dan pola difraksi dari kristal yang terbentuk (Hakim *et al.*, 2019)

## Hasil dan Pembahasan

### Pengaruh Faktor Percobaan terhadap Kristal Barium Sulfat menggunakan Zat Aditif $\text{ZnCl}_2$

**Tabel 1.** Berat kristal barium sulfat (respon) pada faktor konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$ , kecepatan pengadukan dan waktu pencampuran

| Konsentrasi<br>Zat Aditif (ppm) | Kecepatan<br>Pengadukan (rpm) | Waktu Pencampuran<br>(menit) | Berat Kristal<br>(gram) |
|---------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------|
| 0                               | 0                             | 75                           | 0.2630                  |
| 24                              | 0                             | 75                           | 0.2340                  |
| 0                               | 480                           | 75                           | 0.2703                  |
| 24                              | 480                           | 75                           | 0.2589                  |
| 0                               | 240                           | 25                           | 0.2536                  |
| 24                              | 240                           | 25                           | 0.2253                  |
| 0                               | 240                           | 125                          | 0.2799                  |
| 24                              | 240                           | 125                          | 0.2387                  |
| 12                              | 0                             | 25                           | 0.2413                  |
| 12                              | 480                           | 25                           | 0.2591                  |
| 12                              | 0                             | 125                          | 0.2459                  |
| 12                              | 480                           | 125                          | 0.2678                  |
| 12                              | 240                           | 75                           | 0.2415                  |
| 12                              | 240                           | 75                           | 0.2447                  |
| 12                              | 240                           | 75                           | 0.2498                  |

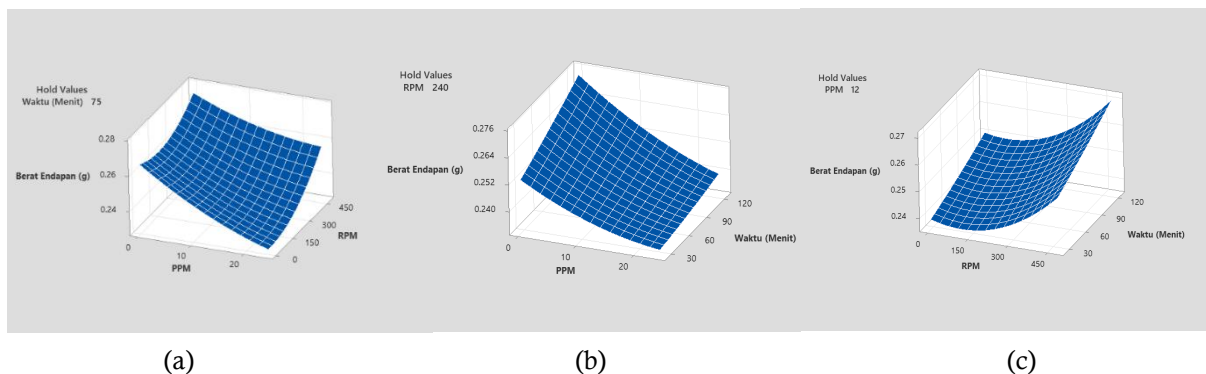
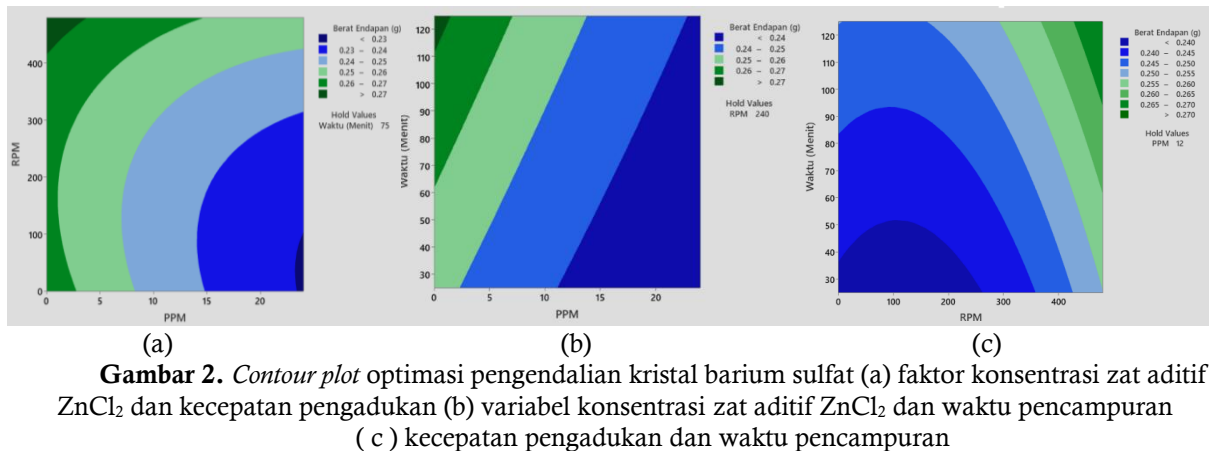
Pengaruh faktor konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$ , kecepatan pengadukan dan waktu pencampuran dapat dievaluasi dengan 15 perlakuan. Perlakuan tersebut dianalisis menggunakan uji *analysis of variance* dan selanjutnya digunakan untuk memperoleh model matematik yang menghubungkan antara faktor dengan respon berat kristal barium sulfat.

**Tabel 2.** Hasil *analysis of variance* respon endapan barium sulfat dengan zat aditif  $\text{ZnCl}_2$

| Source                 | DF | Adj SS   | Adj Ms   | F-Value | P-Value |
|------------------------|----|----------|----------|---------|---------|
| Model                  | 9  | 0.002881 | 0.00032  | 6.81    | 0.024   |
| Konsentrasi Zat Aditif | 1  | 0.00151  | 0.00151  | 32.12   | 0.002   |
| Kecepatan Pengadukan   | 1  | 0.000646 | 0.000646 | 13.75   | 0.014   |
| Waktu                  | 1  | 0.000351 | 0.000351 | 7.47    | 0.041   |
| Lack of Fit            | 3  | 0.0002   | 0.000067 | 3.8     | 0.215   |
| $R^2 = 0.9215$         |    |          |          |         |         |

Berdasarkan tabel 2, hasil menunjukkan nilai *p-value* model sebesar 0,024. Nilai *p-value* yang lebih kecil dari 0,05 menunjukkan bahwa faktor tersebut berpengaruh signifikan terhadap respons pada tingkat kepercayaan 95%. Sebaliknya, nilai *p-value* yang lebih besar dari 0,05 menunjukkan bahwa variabel tidak berpengaruh signifikan terhadap respons. (Sari, 2020). Pada uji *lack of fit*, diperoleh nilai *p-value* sebesar 0,215 atau  $> 0,05$ , sehingga dapat disimpulkan bahwa model yang dihasilkan sesuai untuk memprediksi kondisi optimum dari respon berat kristal barium sulfat (Ratnawati *et al.*, 2018). Nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) digunakan untuk mengevaluasi hubungan antara parameter proses dan parameter respon. Dari hasil analisis, diketahui bahwa nilai  $R^2$  sebesar 92,15%, yang berarti 92,15% variasi respon dijelaskan oleh model,

sedangkan 7,85% sisanya dipengaruhi oleh faktor lain di luar model (Ariyanti, 2017). Di antara ketiga faktor tersebut, konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  memiliki pengaruh paling besar, ditandai dengan *p-value* yang lebih kecil dibandingkan dengan kecepatan pengadukan dan waktu pencampuran



Pengaruh faktor konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  dan kecepatan pengadukan (Gambar 2a dan 3a) menunjukkan bahwa berat kristal barium sulfat berkurang seiring dengan meningkatnya konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  dan rendahnya kecepatan pengadukan. Penambahan zat aditif dapat menghambat atau memperlambat laju reaksi, sehingga jumlah kristal yang terbentuk semakin sedikit. Sehingga perolehan kristal barium sulfat menurun dengan naiknya konsentrasi zat aditif (Prayuga, 2022). Gambar 2b dan 3b menunjukkan hubungan antara konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  dan waktu pencampuran. Hasil penelitian menunjukkan bahwa berat kristal barium sulfat terlihat menurun seiring dengan berkurangnya waktu pencampuran. Waktu pencampuran yang lebih lama memungkinkan partikel-partikel dalam larutan berinteraksi lebih intensif, sehingga meningkatkan peluang pembentukan inti kristal dan pertumbuhannya (Parahita, 2018). Pengaruh faktor kecepatan pengadukan dan waktu pencampuran (Gambar 2c dan 3c) menunjukkan bahwa berat kristal barium sulfat berkurang seiring dengan menurunnya kecepatan pengadukan. Peningkatan kecepatan pengadukan dapat mempercepat reaksi antara ion barium dan ion sulfat dengan meningkatnya frekuensi tumbukan antar partikel dalam larutan, yang mendorong pembentukan inti kristal lebih cepat (Susilowati *et al.*, 2024).

Persamaan yang diperoleh dari model polinomial kuadrat berdasarkan hasil pengolahan data menggunakan software Minitab-19, yang menunjukkan pengaruh masing-masing faktor terhadap respon berat kristal, adalah sebagai berikut.

$$\text{Berat Kristal (g)} = 0.2536 - 0.001697 x_1 - 0.000051 x_2 + 0.000146 x_3 + 0.000025 x_1 * x_1 + 0.000000 x_2 * x_2 + 0.000000 x_3 * x_3 + 0.000002 x_1 * x_2 - 0.000005 x_1 * x_3 + 0.000000 x_2 * x_3$$

Dimana  $x_1$  merupakan konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  (ppm),  $x_2$  merupakan kecepatan pengadukan (rpm) dan  $x_3$  merupakan waktu pencampuran (menit), Persamaan diatas digunakan untuk mendapatkan nilai optimum dari tiap faktor. Hasil optimum *Response Surface Methodology* divalidasi dengan hasil percobaan laboratorium. Perbandingan tersebut digunakan untuk memperoleh % eror.

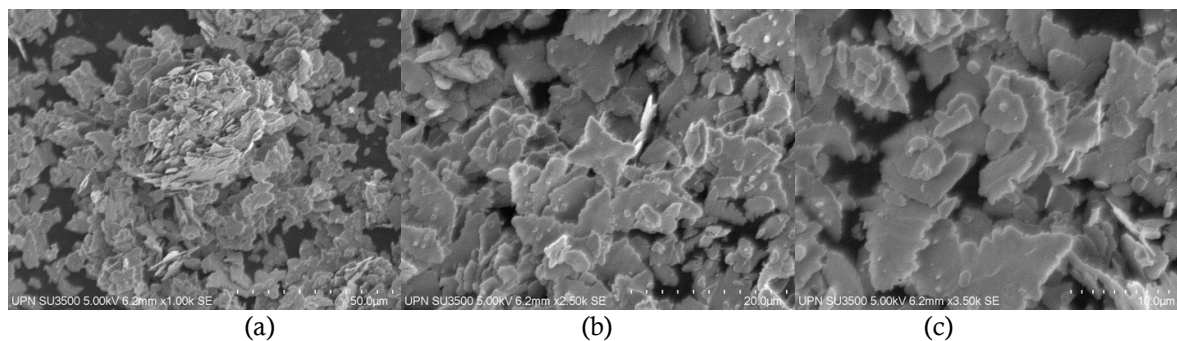
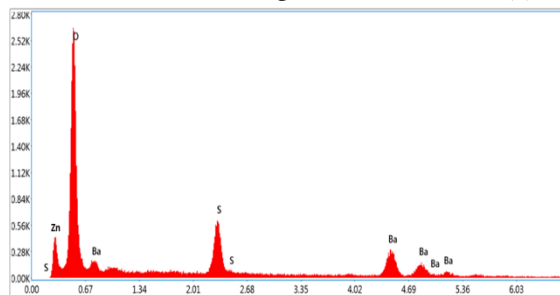
**Tabel 3.** Validasi hasil optimum *Response Surface Methology* dengan hasil percobaan

| Faktor pada Kondisi Optimum      | Hasil Optimum (gram) | Hasil percobaan (gram) | Error (%) |
|----------------------------------|----------------------|------------------------|-----------|
| Konsentrasi Zat Aditif : 24 ppm  | 0.22727              | 0.2332                 | 2.609     |
| Kecepatan Pengadukan : 48.48 rpm |                      |                        |           |
| Waktu pencampuran : 25 menit     |                      |                        |           |

Selisih antara berat kristal barium sulfat dari hasil percobaan dengan hasil optimum sebesar 0.00593 gram. Berdasarkan perhitungan, diperoleh persentase *error* sebesar 2,609% atau 0.02609, karena nilai *error* yang diperoleh lebih kecil dari  $P < 0,05$  atau 5%, maka data hasil percobaan dinyatakan sesuai dengan hasil prediksi. Nilai *error* yang rendah ini menunjukkan bahwa hasil konfirmasi percobaan dapat diterima dan konsisten dengan hasil optimum (Hendrawan *et al.*, 2017)

#### Analisis *Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray*

Berdasarkan hasil analisis karakteristik kristal barium sulfat menggunakan *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX), diperoleh informasi mengenai morfologi permukaan serta komposisi unsur penyusunnya. SEM bekerja berdasarkan prinsip interaksi antara berkas elektron dan permukaan sampel yang menghasilkan citra dengan resolusi tinggi untuk mengamati bentuk, ukuran, dan tekstur kristal (morfologi). Sementara itu, EDX mendeteksi dan mengukur sinyal sinar-X yang dihasilkan oleh atom-atom dalam sampel ketika ditembak oleh elektron, sehingga memungkinkan identifikasi dan kuantifikasi unsur-unsur yang terkandung di dalam kristal barium sulfat.

**Gambar 4.** Morfologi kristal barium sulfat dengan zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  (a) 1000x (b) 2500x (c) 3500x**Gambar 5.** Line Analysis EDX kristal barium sulfat dengan zat aditif  $\text{ZnCl}_2$ **Tabel 4.** Hasil line analysis EDX kristal barium sulfat dalam % berat

| Unsur       | Berat (%) |
|-------------|-----------|
| Seng (Zn)   | 6,39      |
| Barium (Ba) | 59,02     |
| Sulfur (S)  | 10,54     |
| Oksigen (O) | 24,05     |

Berdasarkan gambar 4 dan Tabel 5, Morfologi kristal barium sulfat ditunjukkan melalui citra hasil analisis SEM, di mana tampak karakteristik bentuk permukaan dan ukuran partikel yang terbentuk. Morfologi kristal yang lebih halus dan seragam, dengan bentuk lebih bulat, dan diperoleh bahwa kristal barium sulfat dengan tambahan zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  menunjukkan keberadaan unsur seng (Zn) sebesar 6.39% berat. Selain Zn, unsur yang terdeteksi meliputi barium (Ba) sebesar 59,02%, oksigen (O) sebesar 24,05%, dan sulfur (S) sebesar 10,54%. Rasio ini mendukung keberadaan barium sulfat sebagai senyawa utama

dalam sampel. Keberadaan Zn dalam sampel menunjukkan bahwa ion  $\text{Zn}^{2+}$  telah berhasil berinteraksi dengan  $\text{BaSO}_4$ . Mekanisme pencegahan pembentukan kristal barium sulfat ini terjadi, dimana ion  $\text{Zn}^{2+}$  berperan sebagai kation pengganti  $\text{Ba}^{2+}$  yang berikatan dengan  $\text{SO}_4^{2-}$  menjadi  $\text{ZnSO}_4$ , sehingga menjaga zat untuk tetap terlarut dalam larutan tanpa mengalami pembentukan kristal. (Alida & Fandra, 2019). Kelarutan  $\text{ZnSO}_4$  dalam air sangat tinggi yaitu sebesar 965 g/l (Central Drug House, 2021), berbeda dengan kelarutan  $\text{BaSO}_4$  yang sangat rendah yaitu 0.0031 g/l (Merck KGaA, 2021), sehingga ketika  $\text{Zn}^{2+}$  menggantikan  $\text{Ba}^{2+}$  maka senyawa yang terbentuk akan terlarut dalam air, sehingga tidak terjadi pengkristalan.

### Analisis *X-Ray Diffraction*

Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* dilakukan untuk memastikan struktur  $\text{BaSO}_4$  telah terbentuk atau belum, selain itu analisa dengan XRD juga dimaksudkan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dan komposisi kristal. Pola difraksi kristal barium sulfat dengan zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  memiliki kesesuaian dengan pola standar yang dikeluarkan oleh JCPDS-ICDD dengan nomor 96-900-0651, kristal yang dihasilkan berupa fase kristal barite dengan struktur orthorombik, dimana parameter sel satuannya  $a=7.1570 \text{ \AA}$ ,  $b=8.8840 \text{ \AA}$ ,  $c=5.4570 \text{ \AA}$ .

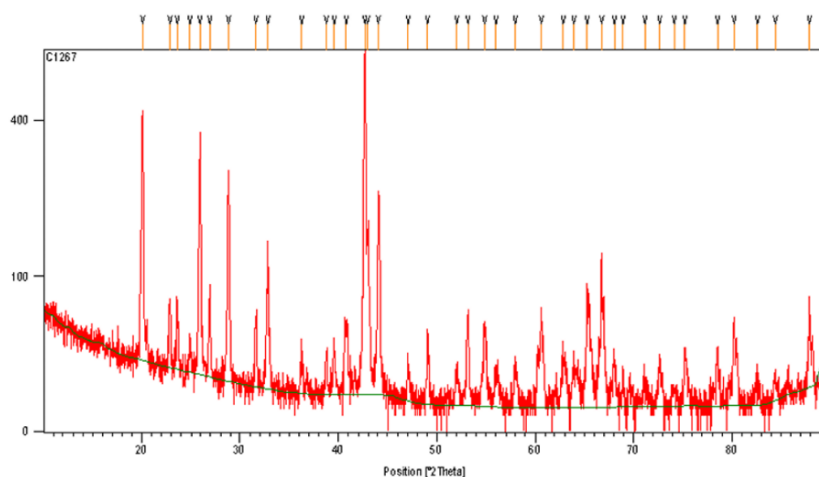
**Tabel 5.** Hasil Uji XRD Kristal Barium Sulfat

| Posisi [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] | Tinggi [cts] | FWHM [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ] | d-spacing [ $\text{\AA}$ ] |
|----------------------------------|--------------|--------------------------------|----------------------------|
| 20.066                           | 404.68       | 0.1771                         | 4.4252                     |
| 22.8533                          | 49.49        | 0.1574                         | 3.8914                     |
| 23.621                           | 52.72        | 0.1968                         | 3.76663                    |
| 24.9052                          | 16.17        | 0.2362                         | 3.57525                    |
| 25.9364                          | 345.88       | 0.1771                         | 3.43539                    |
| 26.9084                          | 60.92        | 0.1968                         | 3.31347                    |
| 28.8188                          | 249.66       | 0.1574                         | 3.09002                    |
| 31.6183                          | 47.32        | 0.1968                         | 2.82981                    |
| 32.8027                          | 125.24       | 0.2362                         | 2.73029                    |
| 36.2518                          | 22.35        | 0.2362                         | 2.47805                    |
| 38.7796                          | 19.31        | 0.1574                         | 2.32214                    |
| 39.5424                          | 26.54        | 0.2362                         | 2.29794                    |
| 40.7779                          | 40.7         | 0.3936                         | 2.21285                    |
| 42.675                           | 598.12       | 0.1574                         | 2.11877                    |
| 42.9912                          | 160.77       | 0.1574                         | 2.10396                    |
| 44.0681                          | 232.08       | 0.1181                         | 2.05497                    |
| 46.0776                          | 48.06        | 0.2362                         | 1.96907                    |
| 47.1038                          | 6.02         | 0.2362                         | 1.93147                    |
| 49.0797                          | 33.78        | 0.2362                         | 1.85762                    |
| 52.0377                          | 13.74        | 0.2362                         | 1.75746                    |
| 53.1475                          | 48.26        | 0.2362                         | 1.72334                    |
| 54.8641                          | 39.78        | 0.1574                         | 1.67342                    |
| 56.0476                          | 11.14        | 0.4723                         | 1.64086                    |
| 58.0000                          | 18.31        | 0.3149                         | 1.59019                    |
| 60.6283                          | 54.71        | 0.1181                         | 1.52739                    |
| 62.8649                          | 19.62        | 0.4723                         | 1.47833                    |
| 63.9394                          | 18.11        | 0.2362                         | 1.45605                    |
| 65.2702                          | 72.43        | 0.1181                         | 1.42955                    |
| 66.7501                          | 113.66       | 0.1574                         | 1.40141                    |
| 68.062                           | 12.79        | 0.3149                         | 1.37756                    |
| 68.9437                          | 8.31         | 0.2362                         | 1.36208                    |
| 71.1646                          | 8.03         | 0.4723                         | 1.32493                    |
| 72.6872                          | 15.49        | 0.3149                         | 1.30088                    |
| 74.1446                          | 14.72        | 0.4723                         | 1.27892                    |
| 75.2501                          | 25.06        | 0.1181                         | 1.26281                    |
| 78.5526                          | 15.98        | 0.2362                         | 1.21779                    |



| Posisi [ $^{\circ}2\theta$ .] | Tinggi [cts] | FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .] | d-spacing [ $\text{\AA}$ ] |
|-------------------------------|--------------|-----------------------------|----------------------------|
| 82.5689                       | 44.54        | 0.4723                      | 1.16804                    |
| 84.4093                       | 10.02        | 0.3149                      | 1.1476                     |
| 87.8869                       | 54.5         | 0.192                       | 1.11002                    |
| 20.066                        | 404.68       | 0.1771                      | 4.4252                     |
| 22.8533                       | 49.49        | 0.1574                      | 3.8914                     |
| 23.621                        | 52.72        | 0.1968                      | 3.76663                    |
| 24.9052                       | 16.17        | 0.2362                      | 3.57525                    |
| 25.9364                       | 345.88       | 0.1771                      | 3.43539                    |
| 26.9084                       | 60.92        | 0.1968                      | 3.31347                    |
| 28.8188                       | 249.66       | 0.1574                      | 3.09002                    |
| 31.6183                       | 47.32        | 0.1968                      | 2.82981                    |
| 32.8027                       | 125.24       | 0.2362                      | 2.73029                    |
| 36.2518                       | 22.35        | 0.2362                      | 2.47805                    |
| 38.7796                       | 19.31        | 0.1574                      | 2.32214                    |
| 39.5424                       | 26.54        | 0.2362                      | 2.29794                    |
| 40.7779                       | 40.7         | 0.3936                      | 2.21285                    |
| 42.675                        | 598.12       | 0.1574                      | 2.11877                    |
| 42.9912                       | 160.77       | 0.1574                      | 2.10396                    |
| 44.0681                       | 232.08       | 0.1181                      | 2.05497                    |
| 46.0776                       | 48.06        | 0.2362                      | 1.96907                    |
| 47.1038                       | 6.02         | 0.2362                      | 1.93147                    |
| 49.0797                       | 33.78        | 0.2362                      | 1.85762                    |
| 52.0377                       | 13.74        | 0.2362                      | 1.75746                    |
| 53.1475                       | 48.26        | 0.2362                      | 1.72334                    |
| 54.8641                       | 39.78        | 0.1574                      | 1.67342                    |
| 56.0476                       | 11.14        | 0.4723                      | 1.64086                    |
| 58.0000                       | 18.31        | 0.3149                      | 1.59019                    |
| 60.6283                       | 54.71        | 0.1181                      | 1.52739                    |
| 62.8649                       | 19.62        | 0.4723                      | 1.47833                    |
| 63.9394                       | 18.11        | 0.2362                      | 1.45605                    |
| 65.2702                       | 72.43        | 0.1181                      | 1.42955                    |
| 66.7501                       | 113.66       | 0.1574                      | 1.40141                    |
| 68.062                        | 12.79        | 0.3149                      | 1.37756                    |
| 68.9437                       | 8.31         | 0.2362                      | 1.36208                    |
| 71.1646                       | 8.03         | 0.4723                      | 1.32493                    |
| 72.6872                       | 15.49        | 0.3149                      | 1.30088                    |
| 74.1446                       | 14.72        | 0.4723                      | 1.27892                    |
| 75.2501                       | 25.06        | 0.1181                      | 1.26281                    |
| 78.5526                       | 15.98        | 0.2362                      | 1.21779                    |
| 82.5689                       | 44.54        | 0.4723                      | 1.16804                    |
| 84.4093                       | 10.02        | 0.3149                      | 1.1476                     |
| 87.8869                       | 54.5         | 0.192                       | 1.11002                    |

Tabel 5 menunjukkan hasil karakterisasi kristal barium sulfat menggunakan metode X-Ray Diffraction (XRD). Setiap puncak yang terdeteksi merepresentasikan orientasi kristalografis dari struktur kristal barium sulfat yang terbentuk. Data mencakup posisi sudut difraksi ( $2\theta$ ), intensitas puncak, lebar puncak pada setengah tinggi (FWHM), jarak antar bidang kristal (d-spacing). Didapatkan posisi kandungan mineral tertinggi berada pada posisi 42.6750  $2\theta$  dengan nilai 598.12 cts. Pelebaran pada ketinggian setengah dari puncak maksimum difraksi (FHMM) sebesar 0,1574  $2\theta$ .



**Gambar 6.** Pola XRD kristal barium sulfat pada kondisi optimum

### Simpulan

Dari hasil penelitian didapatkan kondisi optimum pada konsentrasi zat aditif  $\text{ZnCl}_2$  24 ppm, kecepatan pengadukan 48 rpm, dan waktu pencampuran 25 menit, yang menghasilkan berat kristal sebesar 0,22727 gram. Kondisi optimum yang diperoleh tersebut dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya yaitu konsentrasi zat aditif, kecepatan pengadukan dan waktu pencampuran. Pengaruh tersebut yaitu semakin tinggi konsentrasi zat aditif yang digunakan maka kristal barium sulfat yang terbentuk semakin berkurang sehingga berat kristal barium sulfat yang diperoleh sedikit, sedangkan semakin tinggi kecepatan pengadukan dan semakin lama waktu pencampuran yang digunakan maka berat kristal barium sulfat yang diperoleh semakin banyak dan begitu sebaliknya.

### Daftar Referensi

- Agustian, J., Hermida, L., & Murtadho, P. S. (2018). Optimasi Proses Hidrolisis Pati Tapioka Menggunakan Glukoamilase Terimobilisasi pada Silika MCF 9.2 T-3D Berdasarkan Response Surface Methodology (Box-Behnken Design). *Jurnal Teknik*, (April), pp. 1–7.
- Alida, R. & Fandra, P. (2019). Penanggulangan Scale  $\text{CaCO}_3$  Pada Sumur PF1 Lapangan 26 DI PT Pertamina EP Asset 2 Field Limau. *Jurnal Teknik Patra Akademika*, 9(02), pp. 35–45.
- Ariyantini, N. L. P. E (2017). Optimasi Jaringan Akses Fiber To The Home Dengan Menggunakan Metode Multiresponse Syrface dan Desirability Function di PT TKM. *Journal of Technology Science and Engineering*, Vol.1, No. 3
- Central Drug House (2021). Safety data sheet: Zink Sulphate. <https://www.cdhfinechemical.com>
- Fairiza, H., Khanifah, A., & Karaman, N. (2023). Karakteristik Kristal Barium Sulfat Dengan Penambahan Aditif Magnesium Klorida. *Seminar Nasional Soebardjo Brotohardjono*, pp. 38–41.
- Fatra, F., Ivanto, G., Dera, N. S., Muryanto, S., Bayuseno, A. P. (2017). The Scale Formation of Barite ( $\text{BaSO}_4$ ) from Laminar Flowing Water in the Presence of Tartaric Acid and  $\text{Ba}^{2+}$  Concentration Variation of Solution. *Jurnal Materials Science and Engineering*, 202(1).
- Hakim, L., Dirgantara, M. & Nawir, M. (2019). Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan. *Jurnal Jejaring Matematika dan Sains*, 1(1), pp. 44–51.
- Hendrawan, Y., Sumarlan, S. H., Argo, B. D., & Faisal, K. (2017). Rancang Bangun Fungsional Alat Pervaporasi dan Optimasi Kadar Etanol dengan Variabel Suhu Feed dan Tekanan pada Sisi Permeat Menggunakan Response Surface Methodology. *Jurnal Keteknikan Pertanian dan Biosistem*, Vol. 05 No. 2, pp. 129-137
- Merck KGaA. (2021). Safety data sheet: Barium Sulfat. <https://www.merckmillipore.com>
- Ngatin, A., & Sihombing, R. S. (2021). Konversi Zink Dari Limbah Baterai Zn-C Menjadi Senyawa Seng Sulfat. *JC-T (Journal Cis-Trans)*, Vol. 5, No. 2, 13-17



- Nursal, F.K. et al. (2019) 'Optimasi Nanoemulsi Natrium Askorbil Fosfat melalui Pendekatan Design of Experiment (Metode Box Behnken)', *Jurnal Sains Farmasi & Klinis*, 6(3), p. 228.
- Parahita, C.K. (2018). Pengaruh Waktu pencampuran Dan Pengambilan Sampel Larutan  $\text{CaCO}_3$  4% Terhadap Jumlah Endapan Pada Alat Filter Press. *Jurnal Inovasi Proses*, 3(1), pp. 7–9.
- Prayuga, A.R. (2022). Pembentukan Kristal Barium Sulfat ( $\text{BaSO}_4$ ) Dengan Metode Batch Kristalizer. *Seminar Nasional Teknik Kimia Soeardjo Brotohardjono XVIII*, Vol.1, No. 1
- Ratnawati, S. E., Ekantari, N., Pradipta, R. W., & Paramita, B. L. (2018). Aplikasi Response Surface Methodology (RSM) pada Optimasi Ekstraksi Kalsium Tulang Lele. *Jurnal Perikanan Universitas Gadjah Mada*, Vol. 20, No.1
- Reddy, M. M. & Hoch, A. R. (2001). Calcite crystal growth rate inhibition by polycarboxylic acids', *Journal of Colloid and Interface Science*. 235(2), pp. 365–370.
- Sahdiah, H. & Kurniawan, R. (2023). Optimasi Tegangan Akselerasi pada Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX) untuk Pengamatan Morfologi Sampel Biologi. *Jurnal Sains dan Edukasi Sains*, 6(2), pp. 117–123.
- Sari, 2016, "Pengaruh Kecepatan Pengadukan Dan Perbandingan Molar Reaktan  $\text{Mg:PO}_4$  Pada Pembentukan Struvie Kristal Dari Urine Manusia", Universitas Muhammadiyah Palembang, Palembang.
- Susilowati, Ubaidillah, A., Giritama, W., & Karaman, N. (2024). Pengaruh Pengadukan Dan Konsentrasi  $\text{ZnCl}_2$  Pada Pembentukan Kristal Barium Sulfat Dengan Metode Batch Kristalisasi. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 9(2), pp. 92–97.
- Wyantuti, S., Aristantia, R., Hartati. Y. W., & Bahti, H. H. (2020). Penerapan Desain Eksperimen Plackett-Burman dan Box-Behnken pada Analisis Voltametri Pulsa Diferensial untuk Penentuan Kadar Senyawa Kompleks Gd-DTPA. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 16(1), p. 140.