

PENGARUH pH LARUTAN TERHADAP NUKLEASI DAN PERTUMBUHAN KRISTAL BARIUM SULFAT DIDALAM PIPA BERALIRAN LAMINAR: PENGAMATAN KRISTAL MENGGUNAKAN SEM-EDX DAN XRD

Nurmala Shanti Dera

Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Gorontalo
Jl. A. A. Wahab No.247 Limboto, Gorontalo
E-mail: santydera@gmail.com

Abstrak

Kerak barium sulfat merupakan kasus yang sangat umum terjadi di dalam industry minyak dan gas bumi. Adanya kerak ini mempengaruhi produksi minyak dan gas bumi, sehingga menimbulkan masalah teknis yaitu dapat menghambat laju alir, sehingga tekanan pada pipa akan semakin tinggi dan menyebabkan pipa akan pecah dan rusak. Hasil penelitian ini menyajikan tentang pengendapan kristal barit dibawah pengaruh nilai pH (6,8,10) larutan, konsentrasi Ba^{2+} (2500ppm, 3000ppm, 3500ppm) dan konsentrasi aditif asam lauric (5,10,20 ppm) dengan suhu konstan $30^{\circ}C$ dan laju alir 30ml/menit. Dalam kegiatan penelitian ini percobaan pengerakan $BaSO_4$ di dalam pipa uji dilakukan dengan mereaksikan $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ dan Na_2SO_4 . Larutan dialirkan pada pipa beraliran laminar. Adapun pipa uji berisi lima kupon terbuat dari baja tahan karat (*stainless steel*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa Penambahan zat aditif asam laurat dan meningkatnya nilai pH memperpanjang waktu induksi sehingga semakin lama terbentuknya inti kristal. Hal itu di akibatkan karena pH larutan mampu meningkatkan protonasi gugus asam karboksilat dari aditif sehingga mampu menghambat laju pertumbuhan kristal. Analisa SEM menunjukkan bahwa morfologi kristal $BaSO_4$ berbentuk seperti bunga yang mengindikasikan bahwa bentuk kristal ini merupakan ciri khas kristal barit. Hasil analisis EDX menunjukkan bahwa elemen utama yang terbentuk pada sample adalah Ba, S, dan O. Sementara hasil analisis XRD memastikan bahwa kristal barium sulfat (barite), ini membuktikan kerak yang terbentuk adalah kristal barite sebagai kerak padat.

Kata Kunci : asam lauric, barium sulfat, morfologi kristal, SEM-EDX dan XRD

1. PENDAHULUAN

Kerak barium sulfat atau yang biasa disebut dengan barite merupakan kasus yang sangat umum terjadi diladang minyak dan sering terjadi apabila terdapat jenis air yang tidak sesuai (air laut dan air formasi) yang tercampur dalam reservoir [1]. Kecilnya harga kelarutan barium sulfat serta besarnya perbedaan dengan kelarutan kerak yang lain, menjadikan kerak jenis ini memiliki kecenderungan yang cukup besar untuk terbentuk jika kedua ion pembentuknya (Ba^{2+} dan SO_4^{2-}) terkandung dalam air. Karena kelarutannya yang relatif rendah dalam air, barium sulfat dapat dengan mudah diendapkan dari air laut begitu batas melebihi kelarutannya. Campuran larutan yang mencapai kondisi supersaturation merupakan parameter control pada formasi kerak [2]. Adanya kerak ini mempengaruhi produksi minyak bumi, sehingga menimbulkan dampak ekonomi yang ekstrim. Kerak ini juga dianggap sebagai salah satu faktor yang membuat produksi minyak dan gas diseluruh dunia menurun. Saat ini pencegahan kerak telah menjadi isu yang sangat penting dibidang produksi minyak dan gas bumi. Karena itu, setiap tahun perusahaan menghabiskan jutaan dolar untuk mengurangi dampak dari kerak tersebut. Estimasi menunjukkan bahwa industri menghabiskan sekitar 5 milyar USD setiap tahunnya, Dimana biaya operasi terbesar dialokasikan untuk pencegahan kerak [3].

Dengan adanya timbunan kerak di dalam pipa maka akan menghambat laju aliran yang melewatinya sehingga aliran akan berkurang serta dapat menghambat perpindahan panas dan apabila tidak segera diatasi akan terjadi *overheating* juga menurunkan efisiensi. Selain itu, tekanan pada pipa menjadi semakin tinggi, sehingga kemungkinan pipa akan pecah dan rusak [4]. Dengan adanya permasalahan – permasalahan tersebut, yaitu timbulnya kerak yang

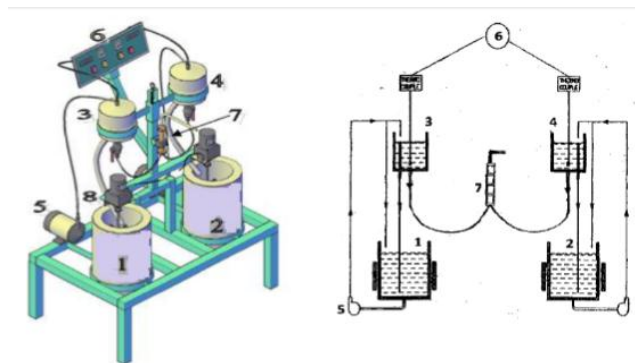
mengakibatkan kerugian pada proses produksi maka kerak tersebut harus segera dicegah supaya jangan sampai tumbuh dan dilakukan upaya penghambatan pada pertumbuhan kerak [5]. Salah satu usaha yang dapat dilakukan untuk menekan pertumbuhan kerak bisa dilakukan dengan cara pengolahan faktor – faktor yang mempengaruhi pertumbuhan kerak dan juga dengan penambahan aditif [6]. Salah satu cara untuk mencegah terbentuknya kerak diladang – ladang minyak adalah dengan menginjeksikan bahan – bahan kimia pencegah kerak (*scale inhibitor*) ke dalam air formasi [7]. Ada beberapa jenis bahan kimia yang digunakan sebagai inhibitor antara lain adalah DTPA atau ethylenediamine triacetic acid, EDTA) atau berbagai inhibitor seperti organofosfonat (sodium phosphonobutane asam tricarboxylic, PBTC; asam nitro trimetil fosfonat, NTMP; asam metilen diphosfonat, MDP; hidroksietilena diphosphonic asam, HEDP; asam amino metilen fosfonat, AMP). Dari keanekaragaman senyawa ini semua bergantung pada pH, hal itu disebabkan karena semakin tinggi nilai pH maka akan mempercepat protonasi dari senyawa senyawa tersebut [8].

Untuk bisa mengendalikan pertumbuhan kristal hal pertama yang harus diketahui adalah bagaimana kristal itu tumbuh, kondisi pertumbuhan optimal, serta faktor yang menghambat atau mengurangi nukleasi dan pertumbuhannya seminimal mungkin. Ini adalah langkah awal yang penting untuk pengembangan lebih banyak alat yang efektif untuk perawatan, pencegahan atau penghilangan kerak. Sehubungan dengan ketergantungan efektifan penghambatan kerak barit terhadap nilai pH maka hal ini merupakan bagian penting untuk mengetahui pengaruh pH terhadap nukleasi barit dan pertumbuhannya. Dalam penelitian ini, pembentukan skala barit diperiksa dengan menggunakan skala pilot peralatan laboratorium yang terdiri dari sistem pipa. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk melihat keefektifan pH terhadap nukleasi barit dan pertumbuhannya dengan melakukan pengamatan dan percobaan pengendapan serta pengendalian kristal barit menggunakan inhibitor asam lauric, produk pengamatan kemudian di karakterisasi menggunakan XRD dan untuk analisis komposisi fase mineral dan morfologi menggunakan SEM-EDX.

2. MATERIAL DAN METODE

2.1. Alat percobaan Pembentukan Kerak

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat yang dirancang oleh peneliti terdahulu [9]. Alat terdiri dari empat bejana yaitu dua bejana bawah (1,2) dan dua bejana atas (3,4). Bejana 1 dan 2 berkapasitas 6 liter untuk menampung larutan $BaCl_2$ dan Na_2SO_4 dan bejana 3 dan 4 berkapasitas 0,8 liter untuk menampung larutan $BaCl_2$ dan Na_2SO_4 . Dua buah pompa dipasang guna memompa larutan. Pompa yang pertama digunakan untuk memompa larutan dari bejana 1 menuju bejana 3, pompa yang kedua digunakan untuk memompa larutan dari bejana 2 menuju bejana 4. Permukaan larutan pada bejana 3 dan 4 dijaga agar keduanya mempunyai ketinggian yang sama dan dapat diatur naik atau turun agar mendapatkan perbedaan ketinggian permukaan dengan pengeluaran larutan akhir dari rumah kupon.



Gambar 1. Alat Penelitian dan blok diagram [9]

- | | |
|----------------------------|-----------------------|
| 1. Bejana bawah $BaCl_2$ | 5. Pompa air |
| 2. Bejana bawah Na_2SO_4 | 6. Temperatur Kontrol |
| 3. Bejana atas $BaCl_2$ | 7. Kupon dan rumahnya |
| 4. Bejana atas Na_2SO_4 | 8. Mixer |

Kemudian larutan yang terdapat pada bejana 3 dan 4 secara bersamaan dialirkan menuju kupon dan seterusnya ditampung dalam sebagai limbah. Didalam kupon Ba^{2+} dan SO_4^{2-} dari kedua larutan mengadakan reaksi dan mengendap pada dinding kupon sehingga terjadi kerak $BaSO_4$. Nilai konduktivitas yang berubah dapat dilihat pada larutan limbah diukur dengan menggunakan Conductivitymeter. Pengukuran konduktivitas larutan dilakukan setiap satu jam pertama per dua menit, satu jam ke dua per enam menit dan satu jam ketiga per lima belas menit sehingga jumlah waktu penelitian selama dua jam tiga puluh menit.

2.2. Persiapan Larutan.

Larutan pembentukan kristal BaSO₄ pada penelitian ini dapat dilihat pada reaksi kimia larutan BaCl₂ dengan Na₂SO₄ dibawah ini.



Langkah yang harus diperhatikan dalam pembuatan larutan lewat jenuh adalah melakukan perhitungan kebutuhan masing-masing kristal dengan mengacu pada konsentrasi Ba²⁺ yang ada pada larutan dan melakukan perhitungan kebutuhan aditif lauric acid. Konsentrasi Ba²⁺ yaitu 2500, 3000, 3500 ppm dengan laju alir (30ml/menit), nilai pH (6,8,10) aditif asam lauric (0,10,20 ppm), dengan temperatur kamar 30⁰c. Waktu yang diperlukan untuk percobaan selama 2 jam 30 menit. Dari hasil perhitungan dimasukkan dalam tabel sehingga mudah untuk dijadikan pedoman pada saat pembuatan larutan. Ada pun kebutuhan konsentrasi larutan seperti tertera pada Tabel 1.

Tabel 1. Perhitungan Kebutuhan Massa BaCl₂.2H₂O, Na₂SO₄

Konsentrasi Ba ²⁺ Ppm	BaCl ₂ .2H ₂ O (gram)	Na ₂ SO ₄ (gram)	Asam lauric (gram)	PH
2500	26,6874	15,51198	0	6
3000	32,02488	1861664	0,062	8
3500	37,35522	21,71846	0,124	10

Setelah jumlah kebutuhan larutan pembentuk kristal dan aditif didapatkan, selanjutnya adalah pembuatan larutan. Peralatan yang perlu disiapkan dalam pembuatan larutan yaitu aquades, kertas saringan, bejana dari plastik, gelas ukur, gelas labu takar, timbangan analitik dan pengaduk. Untuk pembuatan larutan, terlebih dahulu dilakukan penimbangan (sesuai dengan perhitungan pada tabel). Kemudian bejana diisi dengan aquades sebanyak satu liter dan BaCl₂.2H₂O, lalu diaduk. Penambahan aquades terus dilakukan hingga volumenya mencapai yang diinginkan. Untuk menghilangkan partikel yang terbawa dalam larutan, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Dengan demikian larutan BaCl₂.2H₂O telah siap. Langkah yang sama juga dilakukan dalam pembuatan larutan Na₂SO₄.

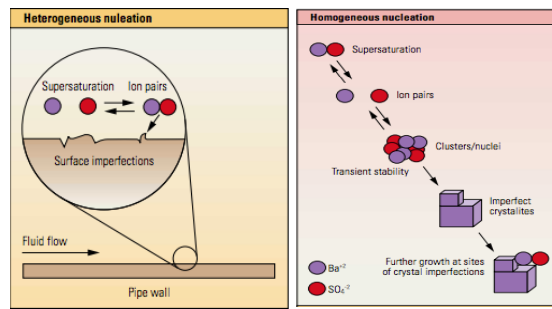
2.3. Analisis X-ray powder difraksi (XRD) dan SEM-EDX

Pengujian SEM dan pengujian *microanalyser* dilakukan pada satu instrumen menggunakan perangkat SEM-EDX. Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi kristal sedangkan pengujian *microanalyser* EDS bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia dan komposisi unsur-unsur yang ada dalam kristal. Alat yang digunakan untuk melakukan pengujian SEM-EDX adalah SEM JEOL, tipe JED 2300 didukung *software Microanalyser* Sedangkan pengujian XRD dilakukan untuk menentukan fase kristal dari barium sulfat. Analisa XRD menggunakan seperangkat alat XRD merek kensa, Diffraction 1710, tegangan 30 Kv dan arus 30 mA. Parameter scan pada sudut 2θ (10⁰-90⁰). Hasil XRD dari larutan yang berbeda dengan berbagai konsentrasi Ba²⁺, setiap puncak intensitas kemudian disesuaikan dengan data pusat Difraksi Internasional untuk Data Difraksi (ICDD) – Powder Diffraction File (PDF). Data XRD kemudian di olah menggunakan *software FullProf* sehingga mendapatkan grafik data XRD.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

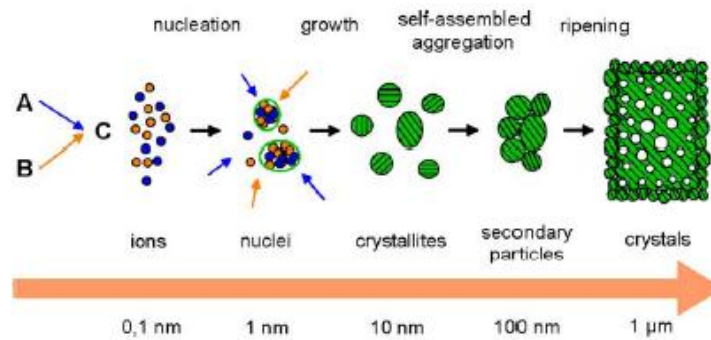
3.1. Pembentukan kristal/nukleasi

Crabtree dkk (1999) dalam penelitiannya mengenai pembentukan kristal barium sulfat mengatakan bahwa ada dua mekanisme utama dalam pembentukan kristal (Gambar 2) yaitu nukleasi homogen (bulk) dan nukleasi heterogen (permukaan). Nukleasi homogen memulai perkembangan pertamanya dengan pembentukan sekelompok atom yang membentuk benih kristal kecil yang tumbuh oleh ion yang menempel pada permukaan kristal yang tidak sempurna, sehingga meningkatkan ukuran kristal, kristal besar mendukung pertumbuhan inti kristal kecil sehingga terbentuk cluster. Nukleasi heterogen terjadi akibat adanya kehadiran benda benda asing sehingga memicu terbentuknya inti kristal, nukleasi heterogen biasanya terjadi pada permukaan pipa yang kasar dan sambungan pada jalur pipa produksi yang tidak sempurna. Mekanisme nukleasi heterogen, dimana pembentukan kerak terjadi pada permukaan seperti permukaan pipa logam atau peralatan [10]. Nukleon atau kristal yang terbentuk melalui nukleasi heterogen memiliki waktu induksi yang jauh lebih pendek saat mereka tumbuh dan menempel pada permukaan pipa atau pada permukaan kerak yang sudah terbentuk sebelumnya [11].



Gambar 2. Metode pembentukan kristal (*crystal growth*) a) *Homogeneous Nucleation* b) *Heterogeneous Nucleation* (Crabtree dkk, 1999) [12]

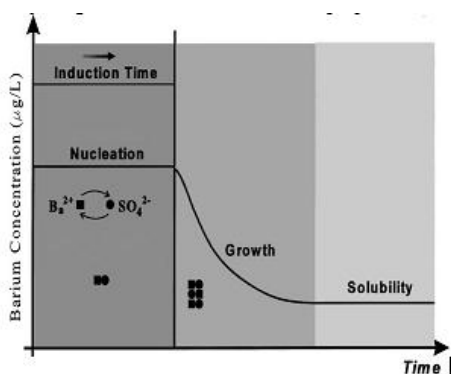
Supersaturasi barium sulfat bergantung juga pada suhu dan tekanan, yang cenderung mengarah pada kondisi metastabil kemudian terjadi pemisahan fasa (ion dikonversi dari fasa terdispersi menjadi kristal) sehingga terbentuklah nukleasi dan pertumbuhan kristal barium sulfat [13]. Setelah kristal terbentuk mereka cenderung menempel membentuk lapisan atau blok yang menyebabkan gangguan utama pada aliran fluida. Barium sulfat juga dapat dengan mudah terendap karena adanya perubahan parameter termodinamika, hidrodinamika dan kinetik [14], mekanisme pertumbuhan kristal dapat dilihat pada Gambar 3 dibawah ini.



Gambar 3. Mekanisme pertumbuhan kristal barit [15]

3.1.1. Analisis waktu induksi

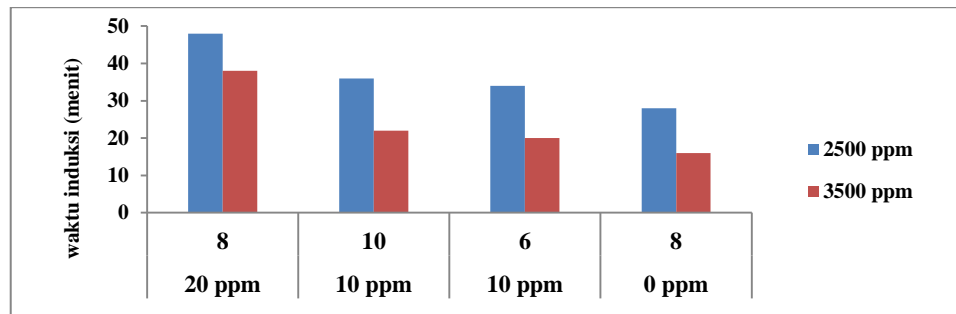
Waktu induksi adalah waktu yang dibutuhkan oleh ion – ion dalam larutan untuk bereaksi sehingga membentuk inti kristal yang pertama kali. Metode yang digunakan untuk menentukan lamanya waktu induksi antara lain dengan mengukur konduktivitas larutan yang keluar dari pipa uji. Waktu induksi dapat dilihat saat terjadinya penurunan yang tajam dari nilai konduktivitas larutan, yang menandakan bahwa sejumlah ion-ion pembentuk kristal telah membentuk inti kristal. Dalam prakteknya, waktu induksi sering digunakan untuk merepresentasikan nukleasi kristal. Periode induksi, t_{ind} , dapat dijelaskan sebagai waktu berlalu antara penemuan saturasi super dan pertunjukkan pertama fase baru, idealnya nuklei dengan dimensi ukuran cluster kritis [16]. Waktu induksi mungkin teratur dengan mengikuti perubahan konsentrasi salah satu ion kristal dari waktu ke waktu (lihat Gambar 4). Namun, periode induksi dapat ditentukan secara eksperimental dan presisi sesuai dengan nukleasi yang mengaktifkan teknik analisis yang diprediksi. Oleh karena itu, bagian pada waktu induksi juga dapat mengindikasikan pertumbuhan kristal menjadi ukuran yang dapat dideteksi [17].



Gambar 4. Konsentrasi barium dari waktu ke waktu (i) daerah stabil dimana nukleasi dapat diukur dengan penentuan waktu induksi eksperimental yang diikuti oleh (ii) saturasi barium super karena pertumbuhan nukleus, dari nukleasi spontan atau dibatasi oleh penambahan kristal benih, sampai Saturasi ekuilibrium akhir [18].

Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi yang lebih tinggi menyebabkan kristalisasi lebih cepat daripada konsentrasi yang lebih rendah. Jika konsentrasinya tinggi, maka molekul memiliki konsentrasi

signifikan yang mendukung pembentukan inti kristal. Semakin tinggi konsentrasi Ba^{2+} dalam larutan, semakin kecil nukleus kritis yang akan didapat. Dengan demikian, pembentukan inti kristal bisa meningkat. Untuk keperluan penelitian ini, diasumsikan bahwa waktu nukleasi jauh lebih besar daripada yang dibutuhkan untuk pertumbuhan inti kristal dalam ukuran yang dapat dideteksi. Grafik waktu induksi pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 5 dibawah ini.

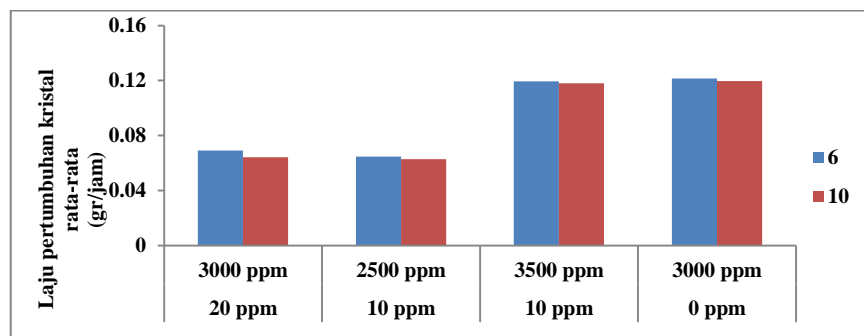


Gambar 5. Pengaruh konsentrasi larutan Ba^{2+} terhadap waktu induksi pada konsentrasi larutan 2500ppm dan 3500 ppm dengan aditif asam lauric (0,10,20 ppm), pH (6,8,10)

Dari data – data pada Gambar 5 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan menyebabkan waktu induksi semakin pendek, artinya semakin cepat inti kristal terbentuk. Dengan adanya Penambahan aditif memperpanjang waktu induksi dengan menekan atau menurunkan laju rekasi [19]. Dilain pihak penambahan pH pada konsentrasi tertentu memperpanjang waktu induksi, hal ini dikarenakan pH larutan dapat mempengaruhi tingkat protonasi gugus asam karboksilat dari aditif asam laurit, pH larutan mampu membuat molekul inhibitor menjadi lebih terionisasi sehingga dapat menghambat pertumbuhan inti kristal agar tidak mencapai ukuran kritis mengakibatkan bertambah panjangnya waktu induksi.

3.2. Pengaruh nilai pH terhadap laju pertumbuhan kristal barit

Kontrol pH air pendingin bisa digunakan dengan injeksi asam. Metode ini sudah lama diterapkan untuk mencegah penggerakan kalsium karbonat, kalsium fosfat, dan lain-lain. Namun, nilai pH memiliki pengaruh yang signifikan terhadap adanya inhibitor, dimana pH yang lebih tinggi akan meningkatkan protonasi dari inhibitor, dan pH yang lebih rendah umumnya mengurangi tingkat protonasi [20] Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa Pengaruh nilai pH (6,8,10) terhadap laju pertumbuhan kerak dengan aditif asam lauric (0,10,20 ppm) dan variasi konsentrasi larutan (2500,3000,3500 ppm) dapat dilihat pada Gambar 6 dibawah ini.



Gambar 6. Pengaruh pH terhadap laju pertumbuhan kristal.

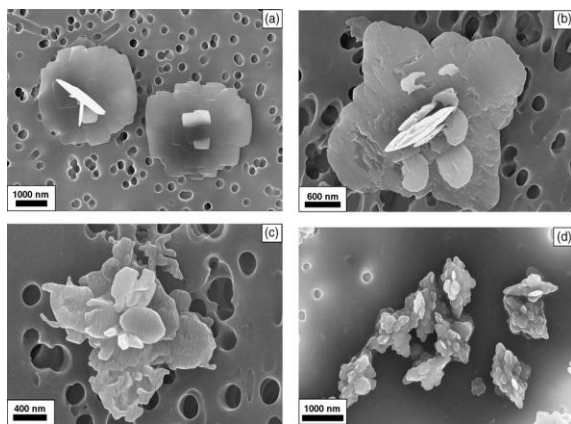
Pengaruh pH seperti terlihat pada Gambar 1. nilai pH 6 dan pH 10 (aditif asam laurit 20 ppm, konsentrasi larutan 3000 ppm) laju pertumbuhan kerak mengalami penurunan dari 0,0690 gr/jam menjadi 0,0643 gr/jam. Kemudian pada nilai pH 6 dan pH 10 (aditif asam laurit 10 ppm, konsentrasi 2500 ppm) terlihat laju pertumbuhan mengalami penurunan dari 0,0647 gr/jam menjadi 0,0628 gr/jam. Sedangkan pada pH 6 dan pH 10 (aditif asam laurit 10 ppm, konsentrasi larutan 3500 ppm) laju pertumbuhan mengalami penurunan dari 0,1195 gr/jam menjadi 0,1180 gr/jam. Dan terakhir nilai pH 6 dan pH 10 (aditif asam laurit 0 ppm , konsentrasi larutan 3000 ppm) laju pertumbuhan mengalami penurunan dari 0,1216 gr/jam menjadi 0,1196 gr/jam.

Dari hasil penelitian dapat terlihat bahwa nilai pH memiliki pengaruh signifikan terhadap laju pertumbuhan kristal barium sulfat. Hal ini disebabkan pH larutan dapat mempengaruhi tingkat protonasi gugus asam karboksilat dari

aditif asam laurit, pH larutan mampu membuat molekul inhibitor menjadi lebih terionisasi sehingga dapat menghambat pertumbuhan inti kristal. Jones dkk (2002) dalam penelitiannya menunjukkan bahwa semakin besar perubahan pH akan mengubah tingkat disosiasi inhibitor molekul. pH 8 dengan inhibitor HEDP menunjukkan penghambatan aditif, namun meningkatnya pH dari 8 sampai 12 mengakibatkan hilangnya penghambatan aditif itu dapat dilihat pada perubahan permukaan kerak barium sulfat karena pH. Dalam penelitian ini, nilai pH memiliki pengaruh signifikan terhadap pertumbuhan skala barit. Pengaruh pH terhadap pertumbuhan kristal dapat dilihat pada Gambar 3 dimana adanya perubahan pada permukaan kristal barit yang dapat diamati.

3.3. Analisis morfologi menggunakan SEM-EDX

Kristal barium sulfat hanya memiliki satu jenis fasa yaitu fasa barit. Struktur kristal barium sulfat bersifat ortorombik, memiliki sel satuan yang terdiri dari empat unit ion barium dan empat unit ion sulfat. Pertumbuhan kristal barium sulfat dengan mekanisme agregasi diikuti dengan proses rekristalisasi [15] sedangkan morfologi partikel sangat dipengaruhi oleh tingkat kejenuhan. Semakin tinggi tingkat kejenuhan akan menghasilkan kristal ukuran partikel yang lebih kecil terus menerus sampai jauh dibawah $100\ \mu\text{m}$ [21]. Reaksi kristalisasi adalah fasa pembentukan fasa padat dari cairan akibat saturasi diikuti oleh reaksi kimia [22]. Morfologi Kristal barium sulfat dapat dilihat pada gambar 2.10 dibawah ini.

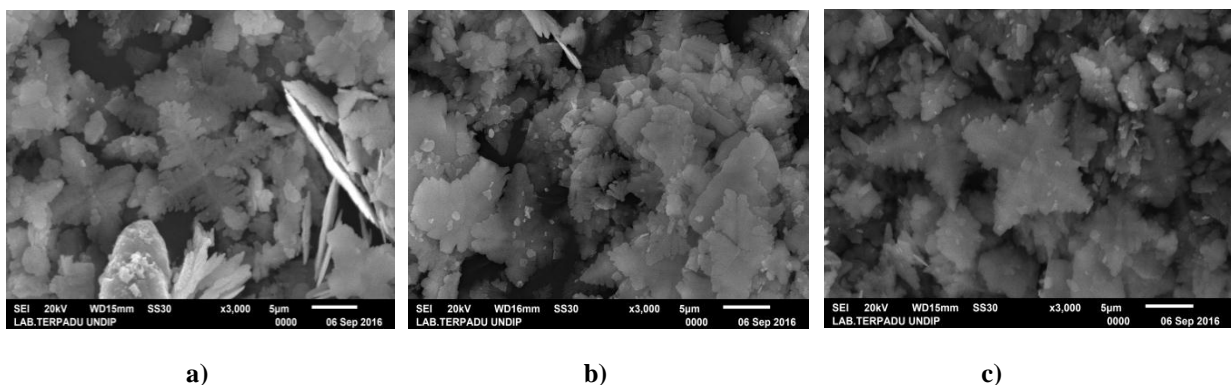


Gambar 7. Morfologi kristal barium sulfat, variasi nilai rasio $R=0,1, R=1, R=10$ dan $R=100$ [20]

Penelitian Kucher dkk (2006) tentang pengaruh supersaturasi dan rasio terhadap pertumbuhan kristal barium sulfat, dengan nilai saupersaturasi $Sa = 250,350,500,550$ dan variasi nilai rasio $R=0,1, R=1, R=10, R=100$. Terlihat pada Gambar 7 menunjukkan bahwa perubahan ukuran morfologi kristal barium sulfat terjadi pada supersaturasi $Sa=550$, partikelnya mencapai ukuran sekitar $1,6\ \mu\text{m}$ tanpa tergantung pada kejenuhan, kemudian mengalami peningkatan kejenuhan dan menghasilkan ukuran partikel lebih kecil secara terus menerus hingga jauh dibawah $100\ \mu\text{m}$. Hal ini menunjukkan bahwa perubahan supersaturasi pada $Sa=550$ dengan nilai rasio lebih besar dari $R=1$, mempengaruhi perubahan morfologi

kristal barium sulfat, dengan kata lain perubahan mekanisme nukleasi dipengaruhi oleh tingkat kejenuhan.

Dalam penelitian ini, analisis morfologi mencakup pemeriksaan bentuk dan ukuran kristal. Analisis dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui apakah kristal tersebut benar bentuknya sebagai kristal barit. Morfologi kristal barit dengan konsentrasi Ba^{2+} 2500 ppm, 3000 ppm dan 3500 ppm dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Morfologi kristal barium sulfat konsentrasi Ba^{2+} , temperatur dan nilai pH a) 2500ppm, 30°C , pH 8. b) 3000ppm, 40°C , pH 6. c) 3500ppm, 50°C , pH 10.

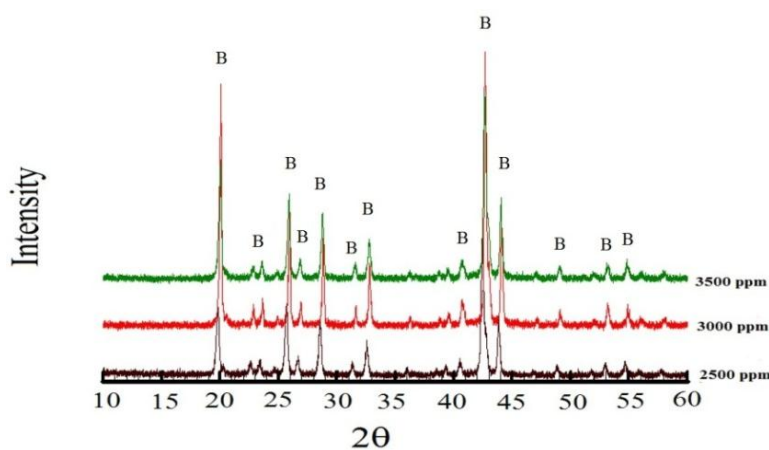
Dari hasil analisis SEM, dapat dilihat bahwa bentuk kristal barit terbentuk pada konsentrasi 2500 ppm, 3000 ppm dan 3.500 ppm berbentuk seperti bunga yang mengindikasikan bahwa bentuk kristal ini merupakan ciri khas kristal barit. Analisis EDX bertujuan untuk melihat komposisi kristal barit. Hasil analisis EDX dapat dilihat bahwa elemen utama dalam skala yang terbentuk barit adalah Ba (Barium), O (oksigen) dan S (sulfat). Hal ini menunjukkan bahwa skala yang dihasilkan untuk penelitian ini adalah skala barit. Seperti yang terlihat pada Tabel 2 dibawah ini.

Tabel 2. Hasil komposisi kimia analisa EDX kristal barium sulfat

Parameters	Elements	Wt.% (actual)
2500 ppm, aditif 0 ppm, pH 8	S	21.79
	Ba	43.86
	O	17.64
3000 ppm, aditif 10 ppm, pH 8	S	21.38
	Ba	44.11
	O	17.42
3500 ppm, aditif 20 ppm, pH 8	S	16.93
	Ba	37.32
	O	14.04

3.4. Analisis XRD

Analisis XRD dilakukan untuk menentukan fase kristal skala. Difraktogram X-ray dari produk kristal disajikan pada Gambar 9. Dari hasil XRD dari larutan yang berbeda dengan berbagai konsentrasi Ba^{2+} , setiap puncak intensitas kemudian disesuaikan dengan data Pusat Difraksi Internasional untuk Data Difraksi (ICDD) -Filiner Difraksi File (PDF). Ini menunjukkan bahwa semua intensitas puncak difraksi kristal yang sesuai dengan bilangan PDF 04-012-5411, menunjukkan bahwa kristal barit ada pada sampel. Semua intensitas difraksi pola XRD juga sesuai dengan data yang dilaporkan (JCPDS mengajukan No: 24-1035) yang dapat diindeks sebagai barit dengan struktur kristal ortorombik [23].



Gambar 9. Hasil pengukuran XRD pada konsentrasi larutan 2500 ppm, 3000 ppm, 3500 ppm. Huruf B menunjukkan sebagai fasa barium sulfat (barite)

Dari data hasil penelitian SEM-EDX dan XRD memperlihatkan bahwa kerak yang dihasilkan berupa fasa crystal barite dengan struktur orthorombik dan morfologi menyerupai bunga (flower-shape like morphology). Dengan demikian hasil analisa SEM sesuai dengan analisa XRD sehingga membuktikan bahwa kristal yang terbentuk adalah benar-benar kristal barium sulfat.

4. KESIMPULAN

Peningkatan pH dan aditif dapat mempengaruhi laju pertumbuhan kristal yang dihasilkan. Dimana terlihat peningkatan nilai pH dari 6 ke 10, laju pertumbuhan kristal mengalami penurunan (10%). Sedangkan peningkatan aditif asam lauric dari 10 ppm ke 20 ppm terjadi penurunan laju pertumbuhan kristal (90%). Hal ini menunjukkan bahwa Nilai pH yang tinggi menyebabkan laju pertumbuhan kristal menurun. Sedangkan penambahan aditif asam laurit juga menurunkan laju pertumbuhan kristal, ini berarti asam laurit dapat menghambat laju pertumbuhan kristal sehingga massa kristal yang dihasilkan menurun sedangkan pH mampu meningkatkan protonasi gugus asam karboksilat dari aditif sehingga mampu menghambat laju pertumbuhan kristal barium sulfat.

Dari hasil analisa SEM dapat terlihat bahwa pada penggunaan aditif asam laurit dengan konsentrasi tertentu dapat merubah morfologi kristal barium sulfat, dimana kristal yang terbentuk adalah berbentuk bunga dengan sisi kristal mulai tumpul, ini disebabkan karena aditif teradsorpsi dipermukaan inti kristal, sehingga pertumbuhan kerak jadi terhambat. Sedangkan peningkatan pH merubah morfologi barium sulfat, dimana pada pH 6 kristal morfologi berbentuk bunga dengan sisi kristal yang runcing dan pada penambahan pH menjadi 8 morfologi berubah menjadi bunga dengan sisi yang mulai tumpul. Hal ini dikarenakan pH larutan dapat mempengaruhi tingkat protonasi gugus asam karboksilat dari aditif asam laurit, pH larutan mampu membuat molekul inhibitor menjadi lebih cepat terionisasi sehingga dapat menghambat pertumbuhan inti kristal agar tidak mencapai ukuran kritis. Dan dari hasil EDX ditemukan adanya elemen-elemen pembentuk kristal barium sulfat hal ini menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan untuk penelitian ini adalah benar kristal barium sulfat. Dan hasil analisa XRD diketahui bahwa fasa kristal yang dihasilkan adalah fasa barit dengan

struktur kristal ortorombik. Hal ini membuktikan bahwa sampel hasil penelitian adalah benar-benar kristal barium sulfat (BaSO_4).

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Gorontalo yang telah memberikan bantuan dana penelitian. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Metalurgi Fisik Universitas Diponegoro yang telah menyediakan fasilitas selama melakukan percobaan.

6. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Akyol, E., Aras, O., Oner, M. (2014). *Control of barium sulfate crystallization in the presence of additives*. Desalination and Water Treatment. 52 (2014) 5965-5973
- [2] Boerlage, S.F.E., Kennedy, M.D., Bremere, I. Wtkamp, G.J., Hoek, J.P.V., Schippers, J.C. *The Scaling Potential of Barium Sulphate in Reverse Osmosis Systems*. Zeitschrift Fur Kristallographie. 197 (2002) 251-268.
- [3] Mavredaki, E., Neville, A., and Sorbie, K. (2011) "Applied Surface Science Assessment of barium sulphate formation and inhibition at surfaces with synchrotron X-ray diffraction (SXR D)," Appl. Surf. Sci., vol. 257, no. 9, pp. 4264–4271.
- [4] Alabi, A., Chiesa, M., C. and Palmisano, G. (2015). *Advances in anti - scale magnetic water treatment*. Environmental Science: Water Research & Technology, 1(4), 408-425.
- [5] Reddy, M.M. and Hoch, A.R.(2001). *Calcite crystal growth rate inhibition by polycarboxylic acids*. Journal of colloid and interface science, 235(2), 365-370.
- [6] Asnawati, (2001). *Pengaruh Temperatur terhadap Reaksi Fosfonat dalam inhibitor kerak pada sumur minyak*. Jurnal ILMU DASAR, Vol. 2 NO. 1.
- [7] Ito, O., Sylvester, O., Appah, D. (2015). *Barium Sulphate Scaling Prevention*. International Journal of Engineering and Technology volume. 5, No.4.
- [8] Van Rosmalen, GM, 1983. *Scale prevention with special reference to threshold treatment*. Chem. Eng. Komunal 20, 209–233.
- [9] Muryanto, S., Bayuseno, A.P., Sediono, W., Mangestiyono, W., Sutrisno (2012), *Development of a versatile laboratory project for scale formation and control*. education for chemical engineers, pp: 1-7
- [10] Nancollas, G.H, (1985), *Oilfield Scale: Physical Chemical Study of its Formation & Prevention*, International Symposium on Chemicals in the Oil Industry, UK, 143-164.
- [11] Graham, G.M., Boak, L.S. and Sorbie, K.S. (1997). "The Influence of Formation Calcium on the Effectiveness of Generically Different Barium Sulphate Oilfield Scale Inhibitors", SPE 37273, SPE International Symposium on Oilfield Chemistry, Houston, Texas, 18-21 February 1997.
- [12] Crabtree, M., Eslinger, D., Fletcher, P., Miller, M., Johnson, A., King, G. (1999). *Fighting Scala removal and prevention*. Oilfield Review, 11, 30-45
- [13] Clemmit, A.F., Ballance, D.C., and Hunton, A.G. 1985. *The Dissolution of Scales in Oilfield Systems*. Paper SPE 14010 presented at the Offshore Europe, Aberdeen, United Kingdom, 10-13 September. doi: 10.2118/14010-MS
- [14] Vetter, O.J. (1975). *How Barium Sulfate Is Formed: An Interpretation*. SPE Journal of Petroleum Technology, 27 (12) :1515-1524. SPE 4217-PA. doi: 10. 2118 / 4217-PA.
- [15] Judat B and Kind M 2004 *Morphology and internal structure of barium sulfate - Derivation of a new growth mechanism* J. Colloid Interface Sci. 269 341–53
- [16] Mullin J W 1993 *Crystallization 3rd Edition Butterworths Heinemann Oxford*
- [17] BinMerdhah A B 2012 *Inhibition of barium sulfate scale at high-barium formation water* J.Pet. Sci. Eng. 90–91 124–30
- [18] Jones F, Oliveira A, Rohl A L, Parkinson G M, Ogden M I and Reyhani M M 2002 *Investigation into the effect of phosphonate inhibitors on barium sulfate precipitation* J. Cryst. Growth 237–239 424–9
- [19] Singh, N.B., Middendorf, B. (2007), *Calcium sulphate hemihydrates hydration leading to gypsum crystallization, progress in crystal growth and characterization of materials*, 53, 57-77
- [20] Wang F, Xu G, Zhang Z, Song S and Dong S 2006 *A systematic morphosynthesis of barium sulfate in the presence of phosphonate inhibitor* J. Colloid Interface Sci. 293 394–400
- [21] Kucher M, Babic D and Kind M 2006 *Precipitation of barium sulfate: Experimental investigation about the influence of supersaturation and free lattice ion ratio on particle formation* Chem. Eng. Process. Process Intensif. 45 900–7
- [22] Matynia, A., Piotrowski, K., Koralewska, J. (2005). *Barium Sulphate Crystallization Kinetics in The Process of Barium Ions Precipitation by Means of Crystalline Ammonium Sulphate Addition*. Chemical Engineering and Processing 44 (2005) 485-495
- [23] Naseri S, Moghadasi J and Jamialahmadi M 2015 *Journal of Natural Gas Science and Engineering Effect of temperature and calcium ion concentration on permeability reduction due to composite barium and calcium sulfate precipitation in porous media* J. Nat. Gas Sci. Eng. 22 299–312