

## OPTIMALISASI TEMPERATUR KALSINASI UNTUK MENDAPATKAN KALSIIT- CaCO<sub>3</sub> DALAM CANGKANG PENSI (*Corbicula moltkiana*) YANG TERDAPAT DI DANAU MANINJAU

Suci Wahyuni<sup>1)</sup> Yenni Darvina<sup>2)</sup> Ramli<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA UNP

<sup>2)</sup>Staff Pengajar Jurusan Fisika FMIPA UNP

suciwahyuni7@gmail.com

### ABSTRACT

*The utilization of pensil (*Corbicula moltkiana*) shell waste in Maninjau lake is not optimal so that we need an effort to make it has economic value. One of them is using calcium carbonate in pensil shell. Calcite is one of calcium carbonate polymorphs are often used in industrial paint, paper, ink, and other chemical industries. This experiment aims to determine optimum of calcination temperature to obtain calcite in pensil shell can be exploited and has economic value. The method that used is by giving calcination temperature of 300 °C, 320 °C, 340 °C, 360 °C, 380 °C, dan 400 °C to pensil shell and then characterized using XRF and XRD. Result of characterization using XRF show that pensil shell containe calcium element is 93,207% dan about 6% of other elements such as Si, Al, Ag, Mg, P, dan Fe. The result of characterizaion using XRD that compared with the ICDD database show that calcite phase has Rombhohedral structure with unit cell  $a = 4,9590\text{\AA}$ ,  $b = 7,9680\text{\AA}$ , and  $c = 5,4710\text{\AA}$ . Based of analysis can be concluded that the increase in temperature causes increasing intensity of calcite and dominant temperature to obtaine calcite phase at 400 °C.*

**Keywords :** calcium carbonat (CaCO<sub>3</sub>), phase, pensil (*Corbicula moltkiana*), structure, calcination temperature

### PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara maritim dengan kekayaan di bidang perikanan yang sangat melimpah. Selain hasil perikanan laut, sektor perikanan air tawar juga memiliki potensi yang tinggi. Namun selain ikan, potensi lainnya dari perikanan Indonesia adalah kerang air tawar. Salah satu daerah penghasil kerang air tawar di Indonesia adalah danau Maninjau. Danau Maninjau merupakan komponen penting bagi organisme darat (hewan, tumbuhan, dan manusia) di sekitarnya dan seluruh biota air termasuk Pensi. Pensi merupakan hewan sejenis kijang, tetapi ukuran tubuh lebih kecil<sup>[1]</sup>. Hewan lunak berkulit keras ini banyak ditemukan di perairan danau Maninjau. Populasi hewan ini sepertinya tak pernah berkurang, apalagi sekarang habitatnya sudah ada yang menyebar ke sungai-sungai kecil di sekitar danau, sehingga populasi hewan ini semakin banyak<sup>[2]</sup>. Keberadaan hewan ini merupakan sumber mata pencaharian bagi nelayan di kawasan danau.

Pemanfaatan Pensi sebagai mata pencaharian masyarakat sekitar danau mengakibatkan banyak dihasilkannya limbah cangkang Pensi yang pada umumnya belum termanfaatkan secara maksimal. Kebanyakan hanya bagian isi kerangnya saja yang dijadikan sebagai makanan yang kaya akan protein dan kalsium, sementara bagian cangkang dibuang atau hanya dijadikan sebagai kapur sirih dan ada juga yang dibuat souvenir (hiasan), tetapi pada umumnya hanya menjadi limbah yang berserakan sehingga merusak lingkungan dan menimbulkan bau busuk<sup>[1]</sup>. Walaupun limbah ini dinilai tidak berguna

dan merusak lingkungan, apabila diolah dan dikelola dengan lebih baik akan menjadi bahan yang bernilai ekonomi.

Pemanfaatan limbah cangkang Pensi yang bernilai ekonomi tidak hanya sebagai suplemen kalsium, tetapi juga dijadikan sebagai sumber bahan biomaterial untuk aplikasi tulang dan gigi serta bisa juga dimanfaatkan dalam pembuatan pasta gigi dan industri lainnya<sup>[3]</sup>. Hal ini dikarenakan cangkang Pensi tersusun atas kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) yang telah diketahui dari beberapa penelitian terkait sehingga bisa dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi industri seperti industri kertas, karet, cat, gelas, plastik, pasta gigi dan farmasi. Secara umum, CaCO<sub>3</sub> merupakan senyawa utama yang ditemukan pada cangkang invertebrata air termasuk Pensi.

Menurut penelitian terhadap cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*), diketahui bahwa cangkang Pensi berpotensi sebagai sumber kalsium dengan kandungan Ca sekitar 26-30 % dalam bentuk mentah<sup>[1]</sup>. Cangkang moluska famili *Corbicula* yang berasal dari Romania diketahui mengandung 1,83 % bahan organik dan 98,17 % CaCO<sub>3</sub> dengan fasa kalsit dan aragonit setelah dipanaskan pada temperatur kalsinasi 736 °C<sup>[4]</sup>. Perbandingan antara fasa kalsit dan aragonit adalah 9:1. Dari penelitian yang telah dilakukan tersebut terlihat bahwa cangkang famili *Corbicula* mengandung kalsium berupa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) dan temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap fasa yang terbentuk di dalam cangkang tersebut.

Cangkang kerang terdiri dari fasa aragonit-CaCO<sub>3</sub>, yang tidak stabil dan lebih padat dari pada

fasa kalsit. Bahan-bahan ini dapat dibuat sebagai bahan biomaterial untuk aplikasi medis. Dari penelitian ini diketahui bahwa transformasi fasa aragonit ke fasa kalsit terjadi pada temperatur 300-373°C<sup>[5]</sup>. Fasa aragonit ke kalsit bertransformasi secara sebagian terjadi pada temperatur 280-350°C dan bertransformasi penuh pada temperatur 380-400°C<sup>[6]</sup>.

Kalsit secara termodinamika merupakan polimorf CaCO<sub>3</sub> yang paling stabil pada tekanan dan temperatur ruang. Penggunaan kalsit saat ini telah mencakup berbagai sektor sesuai dengan sifat fisik dan kimianya. Penggunaan tersebut meliputi sektor makanan, pertanian, industri kimia, logam dan lainnya. Selain itu, kalsit juga telah diaplikasikan sebagai bahan pemutih atau pengisi untuk industri kertas, cat, gelas, plastik, karet, pasta gigi, dan industri kimia lain. Kalsit juga merupakan sumber senyawa kalsium klorida (CaCl<sub>2</sub>), yang digunakan untuk membuat semen, zat pengering (*dessicant*), zat pencair es (*de-icing*), zat aditif dalam industri makanan, zat aditif dalam pemrosesan plastik dan pipa, sumber ion kalsium dan dapat digunakan dalam bidang kedokteran<sup>[3]</sup>. Kemampuan kalsium klorida menyerap banyak cairan merupakan salah satu kualitas yang membuatnya menjadi bahan yang serbaguna. Kebutuhan akan kalsium klorida (CaCl<sub>2</sub>) di Indonesia mengalami kenaikan sekitar 6% setiap tahunnya. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kebutuhan Kalsium Klorida di Indonesia<sup>[7]</sup>

Tahun	Nominal (USD)	Jumlah (kg)
2006	2.827.818	11.749.722
2007	3.364.018	13.372.320
2008	4.335.094	14.143.940
2009	4.272.970	15.658.347
2010	4.475.020	15.733.288

Kegunaan kalsium klorida sebagai bahan baku maupun sebagai bahan penunjang pada sektor industri di Indonesia terus meningkat setiap tahun. Sementara itu, kebutuhan akan kalsium klorida masih diimpor dari negara-negara lain. Oleh sebab itu cangkang Pensi bisa dijadikan sebagai salah satu sumber kalsium klorida terutama kalsit untuk memenuhi kebutuhan tersebut. Pembentukan fasa pada kalsium karbonat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya adalah temperatur, pH larutan, dan penambahan zat aditif serta supersaturasi. Setiap faktor tersebut memiliki peranan penting dalam pembentukan fasa pada kalsium karbonat, salah satunya yaitu temperatur.

Temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap perubahan struktur dari material. Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa dan peningkatan energi yang memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar. Berubahnya struktur dari material akibat diberikan temperatur disebabkan karena ketika suatu material dipanaskan maka akan

terjadi peningkatan energi yang memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar<sup>[6]</sup>.

Peningkatan jumlah fraksi aragonit terhadap kenaikan temperatur dapat dijelaskan dari keadaan struktur kristalnya. Ketika disintesis pada temperatur tinggi, ion Ca<sup>+2</sup> akan mengalami vibrasi lebih kuat karena memperoleh energi termal. Radius relatif dari atom ini akan menjadi lebih besar sehingga bersinggungan dengan lebih banyak atom oksigen. Peluang penyusunan formasi ini akan semakin besar seiring dengan meningkatnya temperatur. Apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk mendobrak ikatannya maka akan terjadi proses difusi sehingga atom-atom melompat ke posisi baru<sup>[8]</sup>. Hal ini menunjukkan bahwa atom akan berpindah posisi jika diberikan perlakuan temperatur.

Difraksi sinar-X merupakan teknik yang digunakan untuk menganalisis padatan kristalin. XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal seperti parameter kisi dan tipe struktur. Difraksi sinar X oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena yaitu hamburan oleh tiap atom dan interferensi gelombang-gelombang oleh tiap atom tersebut. Interferensi ini terjadi karena gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom memiliki koherensi dengan gelombang datang dan demikian pula dengan mereka sendiri<sup>[8]</sup>.

Teknik karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) merupakan teknik analisis untuk mengetahui struktur dan fasa dari suatu material yang diuji. Hasil pengujian yang diperoleh menggunakan XRD adalah berupa difraktogram yang menunjukkan hubungan antara intensitas dan sudut difraksi. Untuk mengetahui struktur dan fasa dari material uji maka dilakukan pengolahan data langsung menggunakan software pengolah data XRD yaitu software *Highscore Plus*. Software *Highscore plus* merupakan sebuah perangkat lunak yang digunakan untuk menganalisis dan memanipulasi data difraksi serbuk. Software *highscore* pada dasarnya dimanfaatkan untuk mengidentifikasi fasa dan menampilkan bermacam-macam data difraksi.

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisa komposisi unsur yang terkandung dalam suatu sampel dengan menggunakan metode spektrometri. XRF umumnya digunakan untuk menganalisa unsur dalam mineral atau batuan. Analisis unsur dilakukan baik secara kualitatif maupun kuantitatif yaitu menganalisis jenis unsur dan menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Kecepatan dalam penggunaan metode XRF dan dalam pengaplikasiannya tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar-X tetapi juga oleh sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel

alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi.

## METODE PENELITIAN

Persiapan penelitian meliputi persiapan bahan dan alat yang digunakan untuk penelitian. Bahan yang digunakan pada penelitian ini berupa limbah cangkang Pensi yang diambil dari tepian danau Maninjau. Cangkang Pensi tersebut dibersihkan dengan air dan dikeringkan dengan sinar matahari. Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu XRD, XRF, oven, furnace, desikator, penjepit, mortal dan lumpang, ayakan, spatula, dan cawan porselen.

Limbah cangkang Pensi dikumpulkan dari salah satu tepian danau Maninjau, kabupaten Agam. Limbah cangkang Pensi yang telah dikumpulkan kemudian dicuci dan dikeringkan di bawah sinar matahari. Cangkang Pensi kemudian disintering selama 24 jam pada temperatur 105°C untuk menghilangkan kadar air di dalamnya. Limbah cangkang Pensi yang telah disintering kemudian digerus menggunakan lumpang dan mortal sampai halus. Limbah cangkang Pensi yang telah digerus kemudian diayak menggunakan ayakan ukuran 200 mesh (75 µm). Limbah cangkang Pensi yang telah dihomogenkan tersebut kemudian diberi label untuk masing-masing temperatur kalsinasi yang diberikan. Serbuk cangkang Pensi yang telah diberi label kemudian dikalsinasi sesuai label. Serbuk cangkang Pensi tersebut dikalsinasi menggunakan *furnace* dengan variasi temperatur kalsinasi 300°C, 320°C, 340°C, 360°C, 380°C, dan 400°C dengan lama waktu penahanan pemanasan masing-masing temperatur kalsinasi selama 2 jam. Sampel hasil kalsinasi ini selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD untuk melihat pengaruh pemberian temperatur kalsinasi terhadap kalsit-CaCO<sub>3</sub> dalam cangkang Pensi.

Tahapan selanjutnya yang dilakukan yaitu tahap karakterisasi. Pada tahap ini digunakan alat karakterisasi XRF dan XRD. Alat karakterisasi XRF digunakan untuk melihat kandungan unsur cangkang Pensi dan XRD digunakan untuk mengetahui temperatur yang optimal untuk mendapatkan fasa kalsit dalam cangkang Pensi. Sebelum sampel dikarakterisasi dengan XRD, sampel terlebih dahulu dipreparasi. Tahapan preparasi meliputi persiapan sampel holder, mengusapnya dengan tisu yang telah ditetesi alkohol, mengambil sampel dari tempat sampel seberat 1 gram dan memasukkannya ke dalam sampel holder. Sampel pada sampel holder diratakan dengan alat pres kecil dan sampel holder siap dimasukkan ke alat XRD.

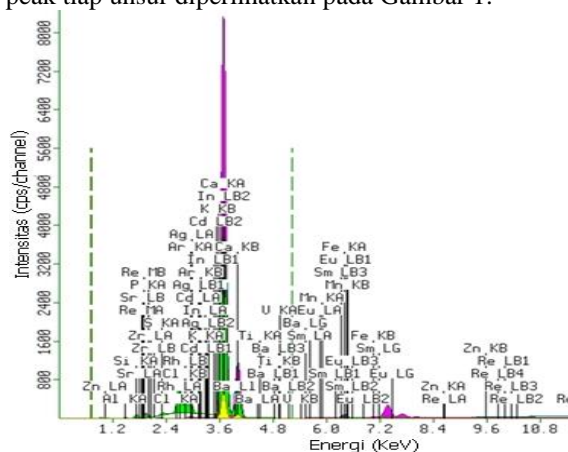
## HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

### 1. Hasil Penelitian

Hasil penelitian terdiri dari identifikasi kadar kandungan kalsium di dalam cangkang Pensi menggunakan XRF dan identifikasi kalsit-CaCO<sub>3</sub> dalam cangkang Pensi menggunakan XRD.

### Data hasil karakterisasi menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Pengujian menggunakan XRF ini dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA UNP. Uji XRF ini bertujuan untuk melihat unsur yang terkandung di dalam cangkang Pensi sebelum dikalsinasi. Secara kualitatif, grafik pembentukan peak tiap unsur diperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Grafik Pola XRF Cangkang Pensi

Grafik di atas secara kualitatif menunjukkan perubahan puncak yang bervariasi. Unsur Ca merupakan puncak yang paling tinggi dibandingkan unsur-unsur lain. Secara kuantitatif, persentase kandungan unsur penyusun cangkang Pensi dalam bentuk tabel ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil XRF Cangkang Pensi

Nomor Atom	Rumus Kimia	Persentase (%)
20	Ca	93,207%
14	Si	2,144%
13	Al	1,322%
47	Ag	0,775%
12	Mg	0,69%
15	P	0,491%
26	Fe	0,248%

Tabel di atas menunjukkan bahwa cangkang Pensi mengandung unsur kalsium dengan persentase 93,207% dan terdapat unsur-unsur makro seperti Si, Al, Ag, Mg, P, dan Fe sekitar 6% dari berat total.

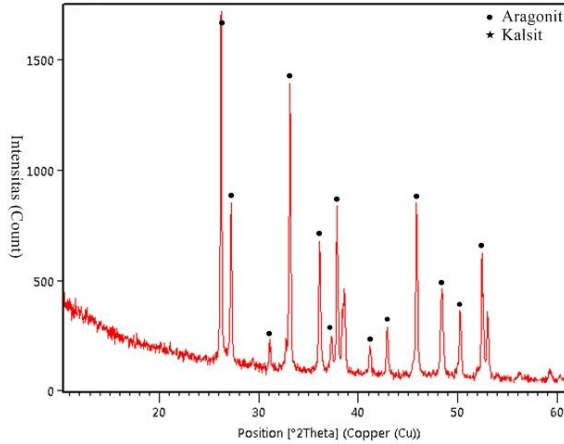
### Data hasil karakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction)

Penelitian ini menggunakan difraktometer type Philips yang terdapat di Laboratorium Material dan Biofisika Jurusan Fisika. Pengukuran difraksi sinar-X menggunakan panjang gelombang CuK<sub>α</sub> 1,54060 Å. Dari hasil karakterisasi ini diperoleh difraktogram berupa hubungan antara intensitas dan sudut difraksi 2θ.

Pengujian menggunakan XRD ini dilakukan terhadap cangkang Pensi sebelum dikalsinasi dan setelah diberikan temperatur kalsinasi. Jenis fasa dan struktur yang diperoleh dari hasil pengukuran dapat diketahui dengan cara membandingkan intensitas relatif dan sudut difraksi yang diperoleh dengan database ICDD.

### Sampel cangkang Pensi sebelum dikalsinasi

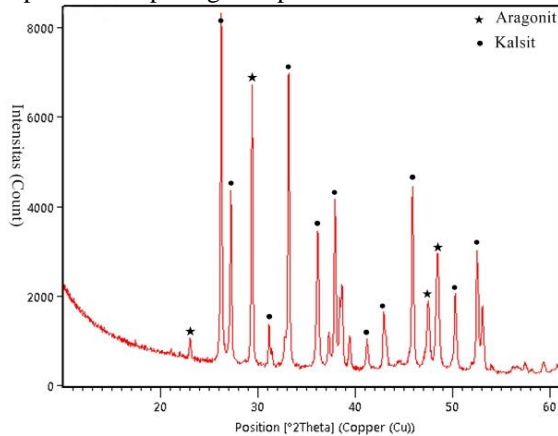
Dari data hasil XRD cangkang Pensi sebelum dikalsinasi diperlihatkan pada Gambar 2. Gambar 2 menunjukkan bahwa puncak-puncak tertinggi terjadi pada sudut  $26.20^\circ$ ,  $27.21^\circ$ ,  $33.10^\circ$ ,  $36.08^\circ$ ,  $37.85^\circ$ , dan  $45.83^\circ$ . Setelah melakukan pencocokan dengan database ICDD nomor 00-005-0453 diperoleh fasa kalsium karbonat dalam cangkang Pensi sebelum kalsinasi terdiri atas fasa aragonit.



Gambar 2. Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Sebelum Kalsinasi

### Sampel cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur $300^\circ\text{C}$

Cangkang pensi yang telah dikalsinasi pada temperatur  $300^\circ\text{C}$  menunjukkan adanya kemunculan fasa baru setelah dicocokkan dengan database ICDD nomor 01-086-2334 dan 01-070-9854 seperti yang diperlihatkan pada grafik pada Gambar 3.



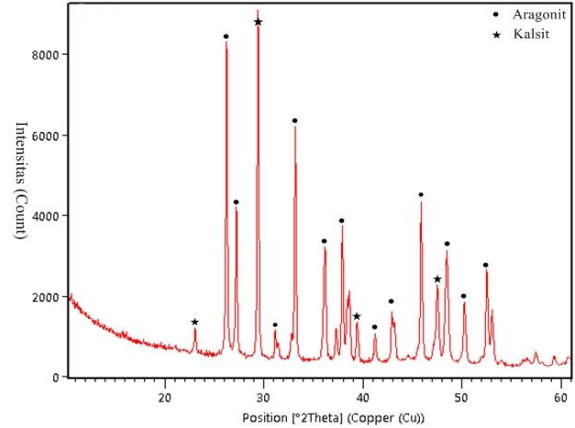
Gambar 3. Hasil Pengukuran XRD Sampel Kalsinasi  $300^\circ\text{C}$

Berdasarkan Gambar 3 terlihat bahwa setelah kalsinasi pada temperatur  $300^\circ\text{C}$  terdapat adanya 2 fasa kalsium karbonat dalam cangkang Pensi yaitu fasa aragonit dan kalsit. Fasa yang paling mendominasi cangkang Pensi setelah diberikan temperatur  $300^\circ\text{C}$  adalah aragonit.

### Sampel cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur $320^\circ\text{C}$

Dari data hasil XRD pada temperatur  $320^\circ\text{C}$  memperlihatkan bahwa puncak-puncak tertinggi

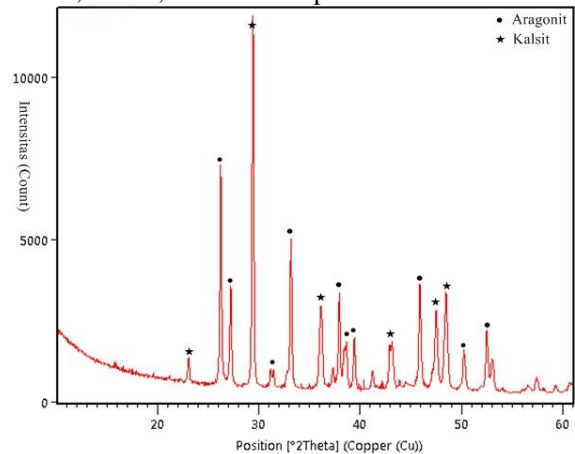
terjadi pada sudut  $29.41^\circ$ ,  $33.16^\circ$ ,  $36.15^\circ$ ,  $37.92^\circ$ ,  $48.48^\circ$ , dan  $52.49^\circ$  yang diperlihatkan pada Gambar 4. Hasil XRD cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur  $320^\circ\text{C}$  mengandung fasa kalsit dan aragonit yang dibandingkan dengan database nomor 01-083-1762 dan 00-024-0025. Pada Gambar 4 terlihat fasa kalsit menunjukkan intensitas tertinggi pada sudut  $29.41^\circ$  dan terjadi penurunan intensitas fasa aragonit.



Gambar 4. Hasil Pengukuran XRD Sampel  $320^\circ\text{C}$

### Sampel cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur $340^\circ\text{C}$

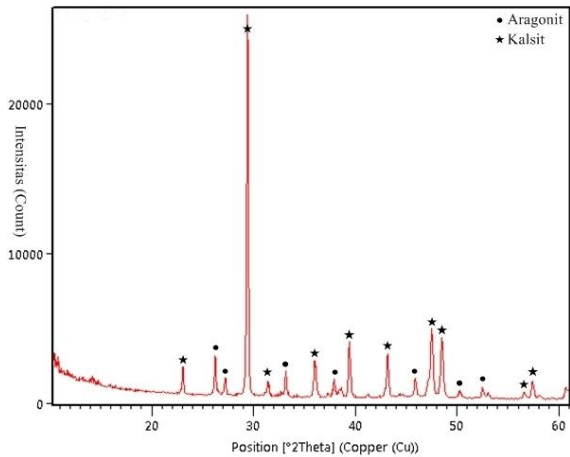
Grafik hasil karakterisasi XRD menunjukkan fasa kalsium karbonat dalam cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur  $340^\circ\text{C}$  terdiri atas kalsit dan aragonit setelah dicocokkan dengan database ICDD nomor 01-078-4614 dan 00-024-0025 dengan puncak-puncak tertinggi yang terjadi pada sudut  $26.24^\circ$ ,  $29.41^\circ$ , dan  $33.16^\circ$  seperti Gambar 5.



Gambar 5. Hasil Pengukuran XRD Sampel  $340^\circ\text{C}$

### Sampel cangkang Pensi dikalsinasi pada temperatur $360^\circ\text{C}$

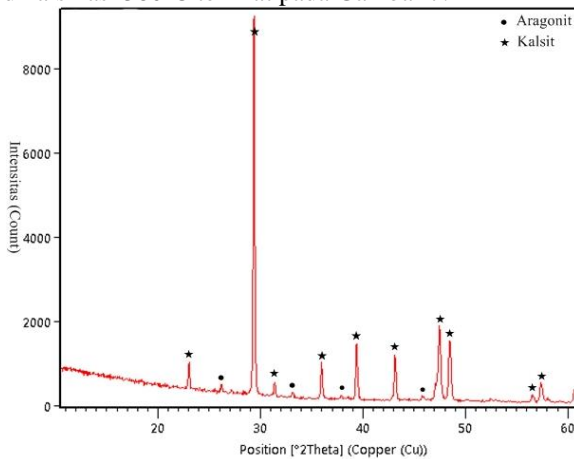
Data hasil XRD cangkang Pensi setelah dikalsinasi  $360^\circ\text{C}$  terlihat puncak dengan intensitas tertinggi terjadi pada sudut  $29.41^\circ$ . Perbandingan data yang diperoleh dengan database ICDD nomor 01-083-1762 dan 00-024-0025 menunjukkan fasa kalsium karbonat yang terdapat dalam sampel adalah fasa kalsit dan aragonit seperti pada Gambar 6.



Gambar 6. Hasil Pengukuran XRD Sampel 360°C  
 Pada Gambar 6 di atas terlihat bahwa setelah kalsinasi pada temperatur 360°C, intensitas fasa kalsit mengalami peningkatan sedangkan fasa aragonit semakin berkurang.

**Sampel cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 380°C**

Data hasil XRD cangkang Pensi setelah dikalsinasi 380°C terlihat pada Gambar 7.



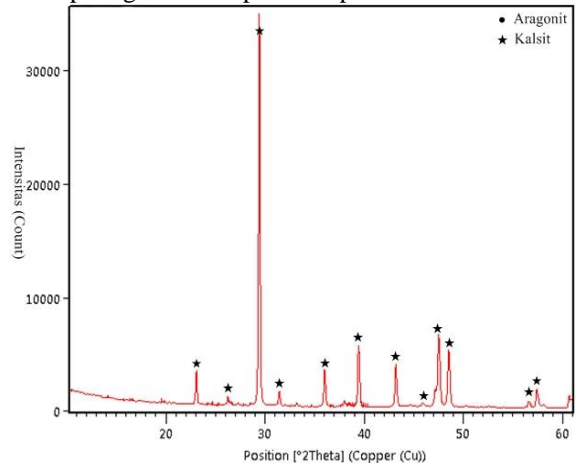
Gambar 7. Hasil Pengukuran XRD Sampel 380°C  
 Dari grafik di atas terlihat bahwa puncak tertinggi terjadi pada sudut 29.37° dan setelah dibandingkan dengan database ICDD nomor 00-005-0453 dan 01-076-2713 menunjukkan fasa kalsium karbonat terdiri atas kalsit dan aragonit.

**Sampel cangkang Pensi dikalsinasi pada temperatur 400°C**

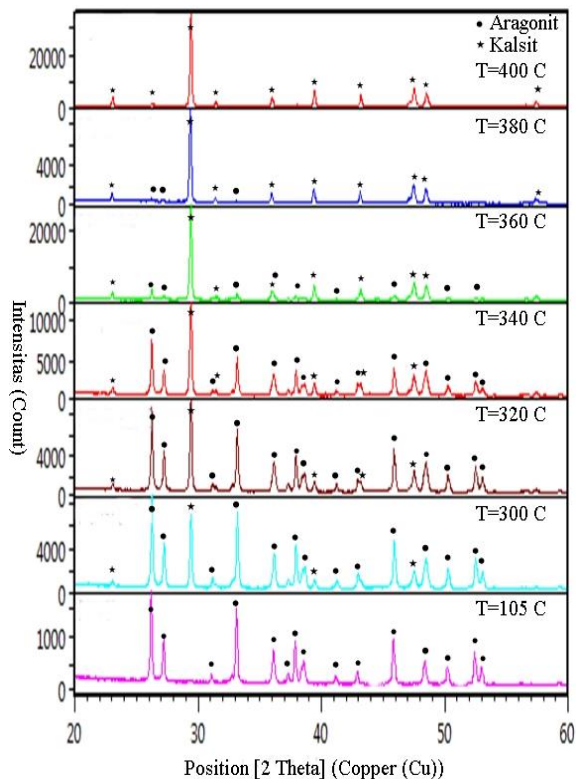
Data hasil XRD cangkang Pensi setelah dikalsinasi 400°C terlihat bahwa puncak tertinggi terjadi pada sudut 29.41°. Data yang diperoleh setelah dibandingkan database ICDD nomor 01-086-2334 menunjukkan bahwa fasa kalsium karbonat terdiri atas 1 jenis fasa yaitu fasa kalsit seperti yang terlihat pada Gambar 8.

Pada Gambar 8 terlihat bahwa hanya terdapat 1 jenis fasa dalam cangkang Pensi setelah dikalsinasi 400°C yaitu fasa kalsit dan tidak terlihat adanya fasa aragonit setelah dikalsinasi pada temperatur 400°C.

Dari data yang diperoleh didapatkan terbentuk fasa kalsit paling dominan pada temperatur 400°C.



Gambar 8. Hasil Pengukuran XRD Sampel 400°C  
 Berdasarkan data yang telah diperoleh dapat diketahui bahwa temperatur kalsinasi mempengaruhi pembentukan fasa kalsit-CaCO<sub>3</sub>. Hal ini terlihat dari grafik pada Gambar 9 yang memperlihatkan hilang dan munculnya puncak yang terbentuk pada sudut difraksi 2θ.



Gambar 9. Pola XRD Sampel Cangkang Pensi tanpa Kalsinasi, Kalsinasi 300°C, 320°C, 340°C, 360°C, 380°C, dan 400°C

Fasa kalsium-karbonat yang terbentuk akibat temperatur kalsinasi diperlihatkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Fasa Kalsium Karbonat yang Terbentuk pada Masing-masing Sampel

Temperatur kalsinasi	Fasa Aragonit	Fasa Kalsit
Tanpa kalsinasi	√	-
300°C	√	√
320°C	√	√
340°C	√	√
360°C	√	√
380°C	√	√
400°C	-	√

Berdasarkan pada Tabel 3 untuk sampel sebelum dikalsinasi ditemukan 1 fasa kalsium karbonat yaitu aragonit. Pada sampel 300°C, sampel 320°C, sampel 340°C, sampel 360°C, dan sampel 380°C ditemukan 2 jenis fasa kalsium karbonat yaitu aragonit dan Kalsit. Sedangkan untuk sampel 400°C hanya ditemukan 1 fasa kalsium karbonat yaitu fasa kalsit. Penurunan intensitas fasa aragonit mulai terjadi pada temperatur 320°C dan semakin hilang seiring dengan bertambahnya temperatur. Akan tetapi, fasa kalsit semakin meningkat intensitasnya seiring bertambahnya temperatur.

### Struktur kristal Kalsit-CaCO<sub>3</sub>

Seiring dengan perubahan fasa dari aragonit ke kalsit menyebabkan struktur dari kalsium karbonat dalam cangkang Pensi mengalami perubahan dari struktur Orthorombik dengan parameter kisi a, b, c berturut-turut 4.9590Å, 7.9680Å, dan 5.7410Å ke struktur Rhombohedral dengan parameter kisi a, b, c berturut-turut 4.9880 Å, 4.9880 Å, dan 17.0610 Å. Struktur dari masing-masing sampel cangkang Pensi ditampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Struktur Kalsium Karbonat Penyusun Cangkang Pensi

No	Suhu (°C)	Fasa	Struktur						Sistem Kristal
			a (Å)	b (Å)	c (Å)	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	
1.	Sebelum dikalsinasi	Aragonit	4.9590	7.9680	5.7410	90°	90°	90°	Orthorhombic
2.	Kalsinasi 300°C	Aragonit	5.7394	4.9616	7.9700	90	90	90	Anorthic
		Kalsit	4.9880	4.9880	17.0610	90	90	120	Rhombohedral
3.	Kalsinasi 320°C	Aragonit	5.7400	4.9610	2.9290	90	90	90	Orthorhombic
		Kalsit	4.9896	4.9896	17.0610	90	90	120	Rhombohedral
4.	Kalsinasi 340°C	Aragonit	5.7400	4.9610	2.9290	90	90	90	Orthorhombic
		Kalsit	4.9903	4.9903	17.0687	90	90	120	Rhombohedral
5.	Kalsinasi 360°C	Aragonit	5.7400	4.9610	2.9290	90	90	90	Orthorhombic
		Kalsit	4.9896	4.9896	17.0610	90	90	120	Rhombohedral
6.	Kalsinasi 380°C	Aragonit	4.9590	7.9680	5.7410	90°	90°	90°	Orthorhombic
		Kalsit	4.9920	4.9920	17.0690	90	90	120	Rhombohedral
7.	Kalsinasi 400°C	Kalsit	4.9896	4.9896	17.0610	90	90	120	Rhombohedral
		Aragonit	4.9590	7.9680	5.7410	90°	90°	90°	Orthorhombic

Berdasarkan Tabel 4 terlihat perubahan fasa pada sampel cangkang Pensi sebelum dan setelah dilakukan kalsinasi yaitu dari fasa aragonit dengan struktur Orthorombik ke fasa kalsit yang berstruktur Rhombohedral. Pada sampel setelah dikalsinasi 400°C terlihat bahwa kalsit merupakan fasa yang dominan.

## 2. Pembahasan

Berdasarkan pengolahan data hasil XRF pada Tabel 2, cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau mengandung unsur kalsium sebagai penyusun utamanya dengan kadar 93,44%, disusul unsur yang lain dalam jumlah kecil seperti 1.88% Si, 1.36% Al, 0.74% Mg, 0,79% Ag, 0.51% Fe, dan 0.36% P. Kadar kalsium dalam cangkang Pensi ini tergolong tinggi.

Pensi termasuk ke dalam jenis kerang-kerangan tetapi berbeda dalam spesies. Ternyata jumlah kandungan kalsium (Ca) dalam cangkang Pensi menunjukkan nilai yang lebih besar dibandingkan dengan kadar kalsium dalam cangkang kerang. Hal ini terlihat dari hasil penelitian terhadap cangkang kerang yang diambil di perairan laut menunjukkan kadar kalsium sebesar 66,70%. Kadar silika dalam cangkang Pensi sebesar 1,88% lebih rendah dibandingkan dengan yang ditemukan dalam cangkang kerang sebesar 7,88%<sup>[9]</sup>. Perbedaan tersebut pada umumnya dipengaruhi oleh daya absorpsi makanan dari berbagai zat tersuspensi di dalam perairan tempat tinggalnya. Kemampuan absorpsi zat tersuspensi juga dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kondisi lingkungan, ukuran organisme, spesies, pH, dan kondisi kelaparan dari organisme tersebut. Tingginya kandungan kalsium di dalam cangkang Pensi menunjukkan potensinya untuk dimanfaatkan sebagai sumber kalsium organik.

Setelah melakukan pengujian menggunakan XRD didapatkan bahwa temperatur kalsinasi mempengaruhi fasa kalsit di dalam cangkang Pensi. Hal ini ditunjukkan dari grafik yang diperoleh dari pengujian tersebut baik sebelum kalsinasi maupun sesudah kalsinasi. Jika dibandingkan hasil grafik cangkang Pensi kalsinasi 300°C dengan grafik XRD cangkang Pensi sebelum kalsinasi seperti pada Gambar 2 diperoleh bahwa terdapat kemiripan kecenderungan pola-pola puncak grafik yang merupakan intensitas cahaya yang dihasilkan oleh bidang-bidang diperoleh, tetapi puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 300°C yang diperoleh lebih tinggi daripada puncak grafik XRD cangkang Pensi sebelum kalsinasi serta terjadi sedikit pergeseran nilai  $d_{hkl}$ , dimana  $d_{hkl}$  untuk grafik XRD kalsinasi 300°C lebih kecil dibandingkan dengan grafik XRD sebelum kalsinasi. Pergeseran nilai tersebut merupakan indikasi kehadiran fasa kalsit dalam cangkang Pensi setelah dikalsinasi 300°C. Oleh karena itu, pada sampel 300°C terdapat 2 fasa yaitu fasa aragonit dengan persentase 74% dan kalsit dengan persentase 26%. Adanya fasa kalsit yang terlihat menunjukkan bahwa sebagian fasa aragonit telah berubah menjadi kalsit. Pada temperatur ini terlihat bahwa struktur kristal aragonit yaitu anorthic (triklinik). Struktur aragonit yang ditunjukkan berbeda dengan struktur yang terbentuk pada sampel sebelum dikalsinasi. Hal ini disebabkan karena perubahan temperatur yang terjadi sebelum dan sesudah kalsinasi.

Grafik hasil XRD cangkang Pensi kalsinasi 320°C yang ditunjukkan pada Gambar 4 menunjukkan adanya perbedaan kecenderungan pola-pola puncak grafik yang merupakan intensitas cahaya yang dihasilkan oleh bidang-bidang yang diperoleh, dan puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 320°C yang diperoleh lebih tinggi daripada puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 300°C serta terjadi pergeseran nilai  $d_{hkl}$  yang cukup besar, dimana  $d_{hkl}$  untuk grafik XRD kalsinasi 320°C lebih kecil dibandingkan dengan grafik XRD kalsinasi 300°C. Pergeseran nilai tersebut merupakan indikasi perubahan sebagian fasa dalam sampel dari aragonit ke kalsit pada cangkang Pensi setelah dikalsinasi 320°C. Dari grafik tidak terlihat adanya fasa baru yang muncul selain aragonit dan kalsit dengan persentase masing-masing 71% dan 29%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan bertambahnya temperatur mengakibatkan fasa aragonit semakin berkurang sedangkan fasa kalsit semakin bertambah.

Grafik hasil XRD cangkang Pensi kalsinasi 340°C yang ditunjukkan pada Gambar 4 juga terlihat adanya perbedaan kecenderungan pola-pola puncak grafik yang merupakan intensitas cahaya yang dihasilkan oleh bidang-bidang diperoleh, dan puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 340°C yang diperoleh lebih tinggi daripada puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 320°C tetapi tidak terjadi pergeseran nilai  $d_{hkl}$ . Hal ini menunjukkan bahwa tidak adanya fasa baru selain aragonit dan kalsit yang muncul tetapi terjadi peningkatan jumlah kalsit menjadi 42% sedangkan jumlah aragonit berkurang menjadi 58%.

Grafik hasil XRD cangkang Pensi kalsinasi 360°C pada Gambar 5 menunjukkan puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 360°C yang diperoleh lebih tinggi daripada puncak grafik XRD cangkang Pensi kalsinasi 340°C tetapi tidak terjadi pergeseran nilai  $d_{hkl}$  yang juga mengindikasikan tidak adanya fasa lain yang muncul. Tetapi pada temperatur 360°C ini menunjukkan fasa kalsit mendominasi sebesar 62% dan fasa aragonit dengan persentase 38%.

Grafik hasil XRD cangkang Pensi kalsinasi 380°C yang ditunjukkan pada Gambar 7 memperlihatkan adanya pengurangan dari jumlah fasa aragonit dalam sampel. Hal sebaliknya terlihat bahwa fasa kalsit meningkat hingga 69% sedangkan fasa aragonit menurun dengan persentase 31%. Jika dibandingkan dengan temperatur 360°C, intensitas fasa kalsit semakin meningkat pada temperatur 380°C.

Grafik hasil XRD cangkang Pensi kalsinasi 400°C seperti yang ditunjukkan pada Gambar 8 memperlihatkan bahwa fasa aragonit secara keseluruhan berubah ke fasa kalsit. Hal ini menunjukkan fasa kalsium karbonat dalam cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 400°C didominasi oleh fasa kalsit dan tidak terlihat adanya fasa aragonit pada temperatur ini.

Grafik yang diperoleh dari keseluruhan data hasil XRD cangkang Pensi baik sebelum kalsinasi maupun setelah dikalsinasi pada temperatur 300°C, 320°C, 340°C, 360°C, 380°C, dan 400°C seperti yang ditunjukkan pada Gambar 35 terlihat bahwa cangkang Pensi sebelum dikalsinasi mengandung fasa aragonit. Pada sampel dengan suhu 300°C, 320°C, 340°C, 360°C, dan 380°C, fasa yang terbentuk adalah aragonit dan kalsit. Disini semakin terlihat fasa yang sebelumnya aragonit berubah menjadi kalsit karena dekomposisi termal fasa aragonit akan membentuk kalsit. Hal ini sesuai dengan teori yang dikemukakan Smallman yaitu perubahan fasa ini terjadi akibat getaran atom sehingga inti (nukleus) di dalam sampel akan bergabung sehingga membentuk fasa baru. Hal ini terjadi karena suhu yang meningkat menyebabkan jarak antar atom menjadi semakin besar sehingga mempengaruhi struktur dan fasa dari material.

Pada sampel yang telah dikalsinasi pada 400°C diperoleh fasa kalsit yang dominan. Seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi, intensitas fasa aragonit semakin berkurang dan lama kelamaan menghilang. Sebaliknya fasa kalsit mengalami peningkatan intensitas seiring dengan bertambahnya temperatur kalsinasi yang diberikan. Hal ini memberikan informasi bahwa pada temperatur 300°C mulai terjadi transformasi fasa aragonit ke kalsit. Hal ini juga sesuai dengan hasil penelitian yang mengungkapkan bahwa transformasi aragonit ke kalsit terjadi pada temperatur 300-373°C dan Yoshioka dkk yang mengungkapkan bahwa fasa aragonit akan berubah menjadi kalsit pada suhu 380-470°C [5].

Meningkatnya temperatur kalsinasi yang menyebabkan berubahnya fasa dari suatu material. Hal ini juga menyebabkan struktur dari material juga dapat berubah. Ketika terjadi transformasi fasa aragonit ke kalsit, terjadi pula perubahan struktur dari kalsium karbonat dalam cangkang Pensi dari struktur Orthorombik dengan parameter kisi a, b, c berturut-turut 4.9590Å, 7.9680Å, dan 5.7410Å ke struktur Rhombohedral dengan parameter kisi a, b, c berturut-turut 4.9880 Å, 4.9880 Å, dan 17.0610Å.

Temperatur sangat berpengaruh terhadap struktur atom karena atom-atom tidak bergerak pada suhu 0 K. Bila suhu dinaikkan maka energinya akan meningkat sehingga akan menyebabkan atom-atom bergetar dan menimbulkan jarak antar atom yang lebih besar. Jarak antar atom yang lebih besar akan memungkinkan atom-atom yang memiliki energi tinggi atau berada di atas energi ikatannya akan bergerak mendobrak ikatannya dan melompat ke posisi yang baru dan akan mengakibatkan jumlah kekosongan meningkat dengan cepat. Pada suhu tinggi memungkinkan atom asing menyusup lebih dalam di antara celah-celah atom. Hal ini akan menyebabkan atom-atom asing terikat dan semakin kuat menempel pada bahan sehingga kristal yang terbentuk akan memiliki karakteristik yang baik [11].

Perubahan struktur ini dipengaruhi oleh temperatur yang disebabkan karena struktur memiliki konstanta yaitu konstanta kisi a, b, dan c. Hal ini disebabkan karena apabila suatu benda dipanaskan akan mengalami pemuaian sehingga akan menyebabkan konstanta kisinya juga akan berubah. Karakteristik kristal akan semakin baik jika struktur kristalnya mendekati tidak cacat (parameter kisinya semakin kecil atau rapat). Proses pemanasan bahan yang baik untuk menghasilkan kristal ada hal yang perlu diperhatikan dalam menaikkan suhu, yaitu dengan cara menaikkan suhu saat pemanasan secara bertahap hingga mencapai pada suhu optimal atau titik lebur bahan itu. Hal ini dilakukan agar proses pengkristalan yang terjadi sempurna sehingga akan menghasilkan suatu kristal yang sempurna.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapatkan bahwa temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap perubahan fasa dan struktur kristal kalsium karbonat di dalam cangkang Pensi. Dari penelitian ini terjadi perubahan fasa dari aragonit ke kalsit seiring dengan berubahnya struktur dari Orthorombik ke Rhombohedral. Di sini dapat dilihat bahwa fasa aragonit menghilang seiring dengan naiknya temperatur. Dari penelitian ini juga diperoleh fasa kalsit yang dominan pada temperatur 400°C.

Pada penelitian yang telah dilakukan terhadap cangkang Pensi belum ditemukan adanya fasa vaterit setelah diberikan temperatur kalsinasi. Hal ini sesuai dengan penelitian terhadap cangkang *Corbicula sp* yang berasal dari Romania. Dari penelitian yang dilakukan oleh Ficai tersebut, tidak ada mineral lain seperti vaterit-CaCO<sub>3</sub> dan dolomit-CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, gipsum-CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O atau basanit 2CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O yang sering ditemukan di dalam cangkang kerang yang dapat diidentifikasi menggunakan XRD [4].

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh informasi mengenai besarnya kandungan unsur kalsium dalam cangkang pensi. Dan pada penelitian ini juga diketahui bahwa pada temperatur kalsinasi 400°C didapatkan fasa kalsit yang dominan sehingga bisa diaplikasikan dalam industri seperti industri karet, cat, kertas, tinta, kaca, maupun industri kimia lainnya serta memanfaatkan kandungan kalsium dalam cangkang pensi baik dalam bidang industri maupun farmasi.

### KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Berdasarkan hasil pengukuran menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) dapat diketahui kadar kandungan kalsium dalam cangkang Pensi yang

terdapat di danau Maninjau adalah sebesar 93,207%.

2. Pemberian temperatur kalsinasi mempengaruhi kandungan kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau. Semakin meningkat temperatur kalsinasi, intensitas kalsit semakin tinggi dan terjadi pengurangan intensitas fasa aragonit.
3. Temperatur kalsinasi optimal untuk mendapatkan kalsit-CaCO<sub>3</sub> yang diperoleh dari penelitian ini adalah pada temperatur 400°C. Pada temperatur ini fasa yang terbentuk didominasi oleh kalsit.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Khalil. 2003. *Analisa rendemen dan kandungan mineral cangkang pensi dan siput dari berbagai habitat air tawar di Sumatera Barat*. Jurnal Peternakan dan Lingkungan. 09(3): 35-41. Erlangga.
- [2]. Bahri, Fitria. 2006. *Keanekaragaman dan Kepadatan Komunitas Moluska di Perairan Sebelah Utara Danau Maninjau*. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- [3]. Bahanan, Ridho. 2010. *Pengaruh waktu sonokimia terhadap ukuran kristal kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>)*. Skripsi fakultas sains dan teknologi UIN Syarif Hidayatullah: Jakarta.
- [4]. Ficai, dkk. 2010. *Mollusc shell/collagen composite potential biomaterial for bone substitutes*. Romanian journal of Materials, 40 (4), 359 – 364.
- [5]. Kamba et al. 2013. *Synthesis and characterisation of calcium carbonate aragonite nanocrystals from cockle shell powder (Anadara granosa)*. Laboratory of molecular medicine, University Putra Malaysia : Malaysia.
- [6]. Yoshioka, Sayoko. 1985. *Transformation of aragonite to calcite through heating*. Department of earth sciences, Aichi University of Education, Kariya and water research institute, Nagoya University, Nagoya. Japan.
- [7]. Badan Statistik Indonesia. 2011.-
- [8]. Paratapa, suminar. 2004. *Prinsip-prinsip difraksi sinar X*. Makalah seminar XRD di sampaikan di Padang.
- [9]. Kurniawan, dkk. 2014. *Studi pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap kekerasan bentuk morfologi dan analisis porositas nanokomposit CaO/SiO<sub>2</sub> untuk aplikasi bahan biomaterial*. Jurnal pendidikan fisika dan aplikasinya (JPFA) Vol 4 No 2.
- [10]. Smallman. 2000. *Metalurgi fisik modern dan rekayasa material*. Jakarta: Erlangga.