

**OPTIMALISASI TEMPERATUR KALSINASI UNTUK MENDAPATKAN
KALSIT-CaCO₃ DALAM CANGKANG PENSI (*Corbicula moltkiana*)
YANG TERDAPAT DI PERAIRAN DANAU MANINJAU**

SKRIPSI

**Diajukan kepada Tim Penguji Jurusan Fisika sebagai Salah Satu
Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains**



Oleh:

SUCI WAHYUNI

1101433/2011

JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2015

PENGESAHAN SKRIPSI

**Dinyatakan Lulus setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Fisika Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan
Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang**

**Judul : Optimalisasi Temperatur Kalsinasi untuk Mendapatkan
Kalsit-CaCO₃ dalam Cangkang Pensi yang Terdapat di
Danau Maninjau**

Nama : Suci Wahyuni

Nim : 1101433

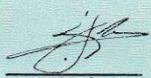
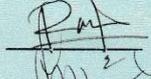
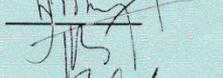
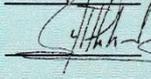
Jurusan : Fisika

Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 04 Agustus 2015

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
Ketua	: Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si	
Sekretaris	: Dr. Ramli, S.Pd, M.Si	
Anggota	: Dr. Hj. Djusmaini Djamal, M.Si	
	Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	
	Zulhendri Kamus, S.Pd, M.Si	

PERSETUJUAN SKRIPSI

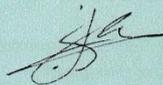
**OPTIMALISASI TEMPERATUR KALSINASI UNTUK
MENDAPATKAN KALSIT-CaCO₃ DALAM CANGKANG PENSI
(*Corbicula moltipkiana*) YANG TERDAPAT DI DANAU MANINJAU**

Nama : Suci wahyuni
Nim : 1101433
Program Studi : Fisika
Jurusan: : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 04 Agustus 2015

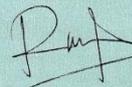
Disetujui oleh:

Pembimbing I



Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si
NIP. 19630911 198903 2 003

Pembimbing II



Dr. Ramli, S.Pd, M.Si
NIP. 19730204 200112 1 002

SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang lazim.

Padang, 04 Agustus 2015



Penulis

ABSTRAK

Suci Wahyuni : Optimalisasi Temperatur Kalsinasi untuk Mendapatkan Kalsit-CaCO₃ dalam Cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*) yang Terdapat di Perairan Danau Maninjau

Sumatera Barat merupakan daerah yang kaya akan komoditas perairan yang sangat bermanfaat, salah satunya adalah Pensi. Pada umumnya, masyarakat disekitar danau hanya memanfaatkan daging Pensi saja, sedangkan cangkangnya hanya menjadi limbah yang berserakan. Namun, seiring perkembangan teknologi, limbah cangkang Pensi ini dapat dimanfaatkan sehingga bernilai ekonomis dengan cara memberikan perlakuan berupa temperatur kalsinasi. Hal ini dilakukan agar mendapatkan fasa kalsit-CaCO₃ sehingga dapat dimanfaatkan dalam industri seperti industri kertas, cat, dan sebagainya.

Penelitian ini merupakan jenis penelitian yang bersifat eksperimen yang dilaksanakan di Laboratorium Material dan Biofisika Jurusan Fisika dan Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang. Pada penelitian ini dilakukan variasi temperatur kalsinasi terhadap cangkang Pensi. *X-Ray Fluorescence* (XRF) digunakan untuk mendapatkan data kadar kalsium dalam cangkang pensi sebelum dikalsinasi. *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan struktur yang terbentuk untuk masing-masing sampel.

Pada penelitian ini diperoleh hasil berupa kadar kandungan kalsium dalam cangkang pensi sebelum dikalsinasi yaitu 93.207%. Dari hasil pengujian menggunakan XRD diperoleh bahwa jika temperatur kalsinasi meningkat maka terjadi transformasi fasa kalsium karbonat dari aragonit ke kalsit. Seiring dengan perubahan fasa terjadi perubahan struktur kalsium karbonat dari struktur Orthorombic dengan parameter kisi dari $a=4.9590\text{\AA}$, $b=7.9680\text{\AA}$, dan $c=5.7410\text{\AA}$ ke struktur Rhombohedral dengan parameter kisi $a=4.9896\text{\AA}$, $b=4.4896\text{\AA}$, dan $c=17.0610\text{\AA}$. Jika temperatur kalsinasi meningkat maka intensitas kalsit akan semakin bertambah dan diperoleh fasa kalsit yang dominan pada temperatur 400°C.

Kata Kunci : Pensi (*Corbicula moltkiana*), Kalsium Karbonat (CaCO₃), Temperatur Kalsinasi, Fasa, dan Struktur

KATA PENGANTAR

Syukur *Alhamdulillah* penulis ucapkan ke hadirat Allah SWT yang Maha memiliki ilmu dan Maha luas ilmu-Nya. Berkat rahmat dan hidayah-Nya, penulis bisa menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Optimalisasi Temperatur Kalsinasi untuk Mendapatkan Kalsit-CaCO₃ dalam Cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*) yang terdapat di Danau Maninjau.” Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana sains pada Program Studi Fisika, Jurusan Fisika, FMIPA UNP.

Kelancaran kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan, bimbingan dan dorongan dari berbagai pihak baik secara moril maupun secara materil. Oleh sebab itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dra. Hj. Yenni darvina, M.Si., sebagai pembimbing I yang telah banyak meluangkan waktu, pikiran, saran, dan tenaga serta kesabarannya untuk membimbing penulis dalam kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Ramli, M.Si., sebagai pembimbing II yang telah banyak memberikan bantuan, bimbingan dan saran serta kesabarannya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamal, M.Si., Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si., dan Bapak Drs. Zuhendri kamus, M.Si., selaku dosen penguji pada skripsi ini.
4. Bapak Drs. Akmam, M.Si., sebagai Penasehat Akademik dan Ketua Jurusan Fisika FMIPA UNP yang telah banyak memberikan masukan dan motivasi kepada penulis.

5. Ibu Dra. Yurnetti, M.Pd., sebagai sekretaris Jurusan Fisika FMIPA UNP.
6. Ibu Hidayati, M.Si., sebagai ketua Program Studi Fisika FMIPA UNP.
7. Bapak Drs. H. Asrizal, M.Si., sebagai ketua Program Studi Pendidikan Fisika FMIPA UNP.
8. Seluruh staf pengajar Jurusan Fisika yang telah membekali penulis dengan berbagai ilmu dan pengetahuan selama masa perkuliahan.
9. Seluruh staf administrasi dan laboran yang telah membantu penulis selama penelitian.
10. Kedua orang tua dan semua anggota keluarga atas pengertian yang besar, juga motivasi dan dorongan serta doa yang tulus yang diberikan kepada penulis selama proses penelitian dan penulisan skripsi ini.
11. Rekan-rekan mahasiswa jurusan Fisika FMIPA UNP yang selalu memotivasi penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
12. Semua pihak yang telah membantu penulis untuk mewujudkan dan menyelesaikan studi yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam tulisan skripsi ini masih banyak terdapat kesalahan dan kelemahan. Untuk itu diharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap mudah-mudahan skripsi ini berguna bagi penulis dan pembaca semua.

Padang, 04 Agustus 2015

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
 BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah.....	5
C. Batasan Masalah	6
D. Pertanyaan Penelitian.....	6
E. Tujuan Penelitian	6
F. Manfaat Penelitian	7
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Deskripsi Danau Maninjau	8
B. Pensi (<i>Corbicula moltkiana</i>)	
1. Deskripsi dan Klasifikasi Pensi	12
2. Morfologi dan kandungan cangkang pensi	13
C. Kalsium Karbonat (CaCO ₃)	
1. Pengertian CaCO ₃	15
2. Struktur dan Fasa CaCO ₃	16

3. Peran Penting CaCO_3 dalam Industri	19
D. Kristal	
1. Fasa dan Struktur Kristal	21
2. Bidang Kristal.....	24
E. Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Fasa dan Struktur Kristal	24
F. Tinjauan tentang <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	27
G. Tinjauan tentang <i>X-Ray Fluorescence</i>	32
H. Tinjauan tentang Software Pengolah Data XRD.....	35
I. Penelitian yang Relevan	37
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
A. Rancangan Penelitian	40
B. Waktu dan Tempat Penelitian	40
C. Variabel Penelitian	41
D. Prosedur Penelitian	
1. Persiapan Penelitian	41
2. Pelaksanaan Penelitian	45
E. Diagram Alir Penelitian	48
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
A. Hasil Penelitian	50
B. Pembahasan	68
BAB V PENUTUP	
A. Kesimpulan	74

B. Saran	74
DAFTAR PUSTAKA	76
LAMPIRAN	79

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
Tabel 1. Kebutuhan Kalsium Klorida di Indonesia.....	4
Tabel 2. Tujuh Sistem Kristal	23
Tabel 3. Data Hasil XRF Cangkang Pensi.....	51
Tabel 4. Fasa Kalsium Karbonat yang Terbentuk pada Masing-Masing Sampel	66
Tabel 5. Struktur Kalsium Karbonat Penyusun Cangkang Pensi.....	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
Gambar 1. Peta Danau Maninjau	8
Gambar 2. Pensi Berwarna Hitam (<i>C. Moltkiana</i>) dan Kuning (<i>C. Sumatrensis</i>).....	11
Gambar 3. Pensi (<i>Corbicula moltkiana</i>)	13
Gambar 4. Bagian-bagian Cangkang <i>Corbicula sp</i>	14
Gambar 5. Struktur kristal kalsit	17
Gambar 6. Stuktur kristal aragonit	18
Gambar 7. Struktur kristal vaterit	18
Gambar 8. Sumbu dan sudut antar sumbu kristal	22
Gambar 9. Empat Belas Kisi Bravais.....	22
Gambar 10. Hubungan antara Energi dan Jarak antar Atom	25
Gambar 11. Spektrum karakteristik sinar-X	29
Gambar 12. Difraksi Bragg.....	30
Gambar 13. Transisi elektron	33
Gambar 14. Prinsip pengukuran dengan XRF	34
Gambar 15. Salah Satu Identifikasi Fasa secara Otomatis dan Analisis Kuantitatif dari Campuran Mineral dengan Menggunakan Software Highscore Plus.....	37
Gambar 16. <i>X-Ray Diffraction</i>	42
Gambar 17. <i>X-Ray Fluorescence</i>	42
Gambar 18. Spatula.....	43

Gambar 19. Oven	43
Gambar 20. Furnace	43
Gambar 21. Desikator	43
Gambar 22. Penjepit.....	44
Gambar 23. Mortal dan Lumpang.....	44
Gambar 24. Ayakan	44
Gambar 25. Cawan Porselen.....	45
Gambar 26. Limbah Cangkang Pensi.....	45
Gambar 27. Diagram Alir Penelitian	49
Gambar 28. Grafik Pola XRF Cangkang Pensi.....	50
Gambar 29. Data Hasil XRD Serbuk Cangkang Pensi sebelum Kalsinasi	52
Gambar 30. Data Hasil XRD dari Serbuk Cangkang Pensi Kalsinasi 300°C	53
Gambar 31. Data Hasil XRD dari Serbuk Cangkang Pensi Kalsinasi 320°C	54
Gambar 32. Data Hasil XRD dari Serbuk Cangkang Pensi Kalsinasi 340°C	55
Gambar 33. Data Hasil XRD dari Serbuk Cangkang Pensi Kalsinasi 360°C	56
Gambar 34. Data Hasil XRD dari Serbuk Cangkang Pensi Kalsinasi 380°C	57
Gambar 35. Data Hasil XRD dari Serbuk Cangkang Pensi Kalsinasi 400°C	58
Gambar 36. Pola XRD Sampel sebelum Kalsinasi, 300°C, 320°C, 340°C, 360°C, 380°C, 400°C.....	65

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
Lampiran 1. Data Hasil Pengukuran XRF	79
Lampiran 2. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi sebelum Kalsinasi	80
Lampiran 3. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 300°C....	81
Lampiran 4. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 320°C....	83
Lampiran 5. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 340°C....	85
Lampiran 6. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 360°C....	87
Lampiran 7. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 380°C....	89
Lampiran 8. Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 400°C....	90
Lampiran 9. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi sebelum Kalsinasi dengan Database Mineral	92
Lampiran 10. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 300°C dengan Database Mineral	93
Lampiran 11. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 320°C dengan Database Mineral	95
Lampiran 12. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 340°C dengan Database Mineral	97
Lampiran 13. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 360°C dengan Database Mineral	99
Lampiran 14. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 380°C dengan Database Mineral	101

Lampiran 15. Perbandingan Data Hasil Pengukuran XRD Cangkang Pensi Kalsinasi 400°C dengan Database Mineral	103
Lampiran 16. Database mineral dalam Cangkang Pensi sebelum kalsinasi	104
Lampiran 17. Database mineral dalam Cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 300°C	107
Lampiran 18. Database mineral dalam Cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 320°C.....	117
Lampiran 19. Database mineral dalam Cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 340°C.....	124
Lampiran 20. Database mineral dalam Cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 360°C	131
Lampiran 21. Database mineral dalam Cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 380°C.....	138
Lampiran 22. Database mineral dalam cangkang Pensi setelah dikalsinasi pada temperatur 400°C	145

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara maritim dengan kekayaan sektor perikanan yang sangat melimpah. Selain hasil perikanan laut, sektor perikanan air tawar juga memiliki potensi yang tinggi. Aneka komoditas air tawar baik yang merupakan budidaya maupun tangkapan alam setidaknya menyumbang hingga 1,1 juta ton dari total keseluruhan 12 juta ton produksi perikanan nasional (Alviantoro, 2014). 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 (Khalil, 2003). 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 (Bahri, 2006). Secara tradisional, Pensi ini menjadi sumber protein yang murah. 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 dimanfaatkan secara maksimal. Kebanyakan hanya bagian isi

kerangnya saja yang dijadikan sebagai makanan yang kaya protein, sementara bagian cangkang dibuang atau hanya dijadikan sebagai kapur sirih dan ada juga yang dibuat souvenir (hiasan), tetapi umumnya sebagian besar menjadi limbah yang berserakan sehingga dapat merusak lingkungan dan menimbulkan bau busuk (Khalil, 2003). Walaupun limbah ini dinilai tidak berguna dan merusak lingkungan, apabila diolah dan dikelola dengan lebih baik akan menjadi bahan yang bernilai ekonomi dan berdampak positif.

Pemanfaatan limbah cangkang Pensi yang bernilai ekonomi tidak hanya sebagai suplemen kalsium, tetapi juga dapat dijadikan sebagai sumber bahan biomaterial untuk aplikasi tulang dan gigi serta bisa juga dimanfaatkan dalam pembuatan pasta gigi dan industri lainnya (Wiraningsih, 2010). Hal ini dikarenakan cangkang Pensi tersusun atas kalsium karbonat (CaCO_3) yang telah diketahui dari beberapa penelitian terkait sehingga bisa dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi industri maupun farmasi. Secara umum, CaCO_3 merupakan senyawa utama yang ditemukan pada cangkang invertebrata air termasuk Pensi.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Khalil (2003) terhadap cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*), diketahui bahwa cangkang Pensi berpotensi sebagai sumber kalsium dengan kandungan Ca sekitar 26-30 % dalam bentuk mentah. Penelitian terkait juga dilakukan oleh Ficai (2010) terhadap cangkang moluska famili *Corbicula* berasal dari Romania, diketahui mengandung 1,83 % bahan organik dan 98,17 % CaCO_3 dengan fasa kalsit dan aragonit setelah dipanaskan pada temperatur kalsinasi 736°C . 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_3) dan

temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap fasa yang terbentuk di dalam cangkang tersebut.

Kamba, dkk (2013) mengungkapkan berdasarkan hasil penelitiannya menunjukkan bahwa cangkang kerang terdiri dari aragonit- CaCO_3 , yang tidak stabil dan lebih padat dari pada kalsit. Bahan-bahan ini dapat dibuat sebagai bahan biomaterial untuk aplikasi medis. Dari penelitian ini diketahui bahwa transformasi aragonit ke kalsit terjadi pada temperatur 300-373°C.

Penelitian terkait juga dilakukan oleh Yoshioka et al (1998) terkait transformasi fasa aragonit ke kalsit. Penelitian ini mengungkapkan bahwa transformasi aragonit ke kalsit secara sebagian terjadi pada temperatur 280-350°C dan bertransformasi penuh pada temperatur 380-400°C.

Kalsit secara termodinamika merupakan polimorf CaCO_3 yang paling stabil pada tekanan dan temperatur ruang. Penggunaan kalsit saat ini telah mencakup berbagai sektor yang didasarkan pada sifat fisik dan kimianya. Penggunaan tersebut meliputi sektor pertanian, industri kimia, makanan, logam dan lainnya. Selain itu, kalsit juga diaplikasikan sebagai bahan pemutih atau pengisi untuk industri kertas, cat, gelas, plastik, karet, pasta gigi, dan industri kimia lain. Kalsit merupakan sumber senyawa kalsium klorida (CaCl), yang digunakan untuk membuat semen.

Kalsium klorida umumnya digunakan sebagai zat pengering (dessicant), zat pencair es (*de-icing*), zat aditif dalam industri makanan, zat aditif dalam pemrosesan plastik dan pipa, sebagai sumber ion kalsium dan dapat digunakan dalam bidang kedokteran (Scribd, 2010). Sebanyak 40% konsumsi kalsium klorida adalah sebagai zat pencair es (*de-icing*), 20% untuk mengendalikan debu

di jalanan pada saat musim panas, 20% untuk proses industri, khususnya, dalam industri makanan, industri pemrosesan plastik, pipa dan semen, 10% digunakan dalam pengeboran minyak dan gas, 5% untuk pembuatan beton dan 5% untuk kegunaan-kegunaan lainnya (Ahfiladzum, 2011).

Kemampuan kalsium klorida untuk menyerap banyak cairan merupakan salah satu kualitas yang membuatnya begitu serbaguna. Zat ini bekerja jauh lebih efisien dari pada natrium klorida dalam hal mencairkan es. Kalsium klorida juga dapat digunakan dalam sejumlah aplikasi lain. Misalnya sebagai sumber ion kalsium untuk mengurangi erosi beton di dalam kolam renang, untuk mengeringkan rumput laut sehingga dapat menghasilkan abu soda dan untuk keperluan medis (Ahfiladzum, 2011).

Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik, kebutuhan kalsium klorida di Indonesia mengalami kenaikan sekitar 6% setiap tahunnya. Hal ini dapat dilihat dari Tabel 1 berikut (Badan Pusat Statistik, 2011).

Tabel 1. Kebutuhan Kalsium Klorida di Indonesia

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, maka cangkang Pensi bisa dimanfaatkan sebagai sumber kalsium klorida terutama kalsit untuk memenuhi kebutuhan tersebut.

Banyak faktor yang mempengaruhi pembentukan fasa pada kalsium karbonat diantaranya adalah temperatur, pH larutan, dan penambahan zat aditif serta supersaturasi. Setiap faktor tersebut memiliki peranan penting dalam pembentukan fasa pada kalsium karbonat yang salah satunya yaitu temperatur. Pemberian temperatur mempengaruhi besarnya jarak antar atom yaitu semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom akan semakin menjauh. Berubahnya jarak antar atom akan mempengaruhi struktur dan fasa dari suatu material. Hal inilah yang nantinya akan memberikan informasi tentang bagaimana pembentukan kalsit- CaCO_3 pada temperatur yang diberikan.

Berdasarkan uraian di atas, penulis ingin meneliti bagaimana optimalisasi temperatur kalsinasi untuk mendapatkan kalsit- CaCO_3 dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau. Penelitian ini perlu dilakukan dalam upaya mengetahui temperatur optimal untuk mendapatkan fasa kalsit- CaCO_3 dalam cangkang Pensi agar pemanfaatan limbah cangkang Pensi ini dapat dilakukan secara optimum dan bernilai ekonomis. Oleh karena itu, penulis melakukan penelitian dengan judul “Optimalisasi temperatur kalsinasi untuk mendapatkan kalsit- CaCO_3 dalam cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*) yang terdapat di danau Maninjau.”

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan maka dapat dirumuskan permasalahan dalam penelitian ini yaitu berapa temperatur kalsinasi optimal untuk mendapatkan kalsit- CaCO_3 dalam cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*) yang terdapat di danau Maninjau?

C. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu temperatur yang digunakan adalah 300°C, 320°C, 340°C, 360°C, 380°C dan 400°C. Cangkang Pensi sebelumnya disintering pada suhu 105°C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar air di dalam cangkang Pensi. Temperatur ini berdasarkan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Kamba *et. al* (2013) dan Yoshioka *et. al* (1998).

D. Pertanyaan Penelitian

Untuk menentukan arah penelitian ini, dikemukakan beberapa pertanyaan penelitian yaitu:

1. Apa saja unsur yang terkandung di dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau?
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau?
3. Berapa temperatur kalsinasi optimal untuk mendapatkan fasa kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menyelidiki unsur yang terkandung di dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau.
2. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi terhadap kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau.
3. Menyelidiki temperatur kalsinasi optimal untuk mendapatkan kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau.

F. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau.
2. Mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi terhadap kalsit di dalam cangkang Pensi yang terdapat di Danau Maninjau.
3. Mengetahui temperatur kalsinasi optimal untuk mendapatkan kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau.
4. Meningkatkan pemahaman dan penerapan ilmu fisika terutama pada bidang alat karakterisasi *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *X-Ray Fluoresence (XRF)*.
5. Menambah pengetahuan tentang kalsit di dalam cangkang Pensi yang terdapat di perairan danau Maninjau sehingga dapat dimanfaatkan dalam industri.
6. Menjadi tambahan literatur untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Deskripsi Danau Maninjau

Danau Maninjau terletak pada $0^{\circ}19'LS$ $100^{\circ}12'BT$ berada dalam wilayah Kecamatan Tanjung Raya Kabupaten Agam dengan ketinggian 461,50 meter di atas permukaan laut. Luas permukaan Danau Maninjau $\pm 99,5$ km² dengan luas daerah tangkapan air mencapai 24.800 ha dan kedalaman maksimum mencapai ± 165 m, seperti yang diperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Danau Maninjau
(Kementerian Lingkungan Hidup: 2011)

Bentuk Danau Maninjau memanjang dari arah utara ke selatan dengan panjang ± 17 km dan lebar sekitar 8 km, danau ini memiliki sebuah outlet alami

yaitu Sungai Batang Antokan yang mengalir ke arah barat. Sementara sumber lain menyebutkan bahwa bagian tengah Gunung Maninjau ditempati oleh kaldera dengan ukuran panjang ± 20 km dan lebar ± 8 km. Di dalam Danau Maninjau ini terdapat beberapa buah pulau kecil dengan luas hanya ratusan m². Semakin kearah bagian selatan danau, kedalaman semakin tinggi dengan lereng (slope) yang semakin curam. Titik-titik terdalam dari danau ini berada di wilayah bagian selatan.

Iklim berpengaruh terhadap semua proses dinamika perairan yang terjadi, misalnya pola arus, sebaran panas, proses ekofisiologis biota air, dan kondisi hidrometeorologi. Perubahan dan penyimpangan iklim akan mempengaruhi proses-proses yang ada dalam daerah tangkapan air dan badan air, seperti hidrologi, neraca air, pola arus, sebaran panas, dan proses-proses biokimia yang ada di dalamnya.

Khusus untuk kawasan Danau Maninjau, berdasarkan pendataan tahun 2006, kondisi iklim kawasan Danau Maninjau ini adalah tropis basah. Iklim berpengaruh terhadap curah hujan. Berdasarkan data curah hujan dari stasiun Maninjau mulai tahun 1993-2005 menunjukkan bahwa pola hujan bulanan dapat dikatakan relatif merata sepanjang masa.

Di wilayah Kabupaten Agam, pola curah hujan sangat dipengaruhi oleh ketinggian tempat dan topografinya, karena sebagian besar Kabupaten Agam terletak pada daerah pegunungan dan sebagian terletak tidak jauh dari Pantai Barat Sumatera Barat. Keadaan ini membuat Kabupaten Agam sangat dipengaruhi oleh angin pegunungan dan angin laut. Dimana tingkat curah hujannya mencapai 345,58 mm per bulan dan rata-rata hari hujan adalah 164 hari per tahun.

Suhu danau Maninjau rata-rata maksimal 31,27°C dan rata-rata minimal 22,66°C. Kelembaban rata-rata 95,20 %. Kecepatan angin yang berada di sekitar danau Maninjau rata-rata sebesar 23,5 km/hr.

Kondisi hidrologi kawasan danau secara umum dipengaruhi oleh dua faktor utama, yaitu air permukaan dan air tanah. Air permukaan di kawasan danau sebagian besar mengalir melalui pola penyaluran yang telah terbentuk. Sumber air Danau Maninjau terutama berasal dari sungai-sungai yang mengalir sepanjang DAS yang bermuara ke danau dan air hujan. Di kawasan danau terdapat 88 buah sungai besar dan kecil dengan lebar maksimum 8 meter yang mengalir ke danau. Kebanyakan dari sungai tersebut (61,4%) kering pada waktu musim kemarau, sedangkan sungai-sungai yang berair sepanjang tahun hanya 34 buah sungai. Sungai-sungai tersebut mengalir dengan debit yang relatif kecil. Sungai-sungai yang bermuara ke Danau Maninjau memiliki pola linier (lurus atau tidak bercabang), sedangkan sungai di sebelah barat danau pada umumnya berpola dendritik (bercabang). Dengan demikian maka inflow air Danau Maninjau sebagian besar bersumber dari aliran sungai dan dari dasar danau.

Danau Maninjau merupakan salah satu danau terpenting di Sumatera Barat tepatnya di Kabupaten Agam. Danau Maninjau merupakan sumber kehidupan dan penghidupan bagi masyarakat yang berdomisili di sekitar danau. Masyarakat memanfaatkannya untuk memenuhi berbagai kebutuhan domestik seperti sumber baku air minum, mandi, dan mencuci (MCK). Nilai penting lainnya dari keberadaan Danau Maninjau adalah adanya jenis kerang air tawar yaitu Pensi (*Corbicula moltkiana*). Kerang ini disukai sebagai makanan favorit dan menjadi salah satu sumber protein bagi penduduk sekitar danau serta bernilai ekonomis

karena sangat laku diperjualbelikan. Penduduk setempat biasanya memanen Pensi dengan cara mengambilnya langsung dari danau dengan menggunakan sekop dan jaring sebagai saringan (Tanjung, 2011).

Danau Maninjau memiliki dua spesies Pensi, yaitu yang berwarna hitam (*Corbicula moltkiana*) dan kuning (*Corbicula sumatrensis*) yang diperlihatkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pensi Berwarna Kuning (*C. sumatrensis*) dan Hitam (*C. moltkiana*) (Tanjung, 2011)

Pensi merupakan komoditas yang sangat dikenal masyarakat di daerah Danau Maninjau, karena merupakan salah satu mata pencaharian para nelayan di sekitar danau. Nelayan pencari Pensi menjual kerang mentah yang masih bercangkang kepada pedagang/pengumpul dengan harga Rp 5.000/kg. Pensi umumnya dijual di pasar lokal di sekitar Danau Maninjau, tetapi ada juga yang dijual ke luar daerah seperti Bukittinggi, Padang, dan kota-kota lain di Sumatera Barat (Tanjung, 2011).

Di danau Maninjau, Pensi dimanfaatkan oleh masyarakat sebagai makanan cemilan khas bagi para pengunjung yang berekreasi ke danau ini. Selain itu, Pensi juga telah dimanfaatkan sebagai tambahan makanan ternak bagi masyarakat yang beternak bebek. Keberadaan Pensi di danau Maninjau merupakan anugerah bagi masyarakat sekitarnya, dimana dengan keberadaan Pensi secara tak langsung dapat menunjang perekonomian penduduk di sekitar danau (Desyiska, 2012).

B. Pensi (*Corbicula moltkiana*)

1. Deskripsi dan klasifikasi Pensi (*Corbicula moltkiana*)

Pensi merupakan sejenis kerang-kerangan namun berbeda dalam spesies. Pensi termasuk ke dalam jenis kerang-kerangan tetapi berbeda dalam spesies. Pensi dapat ditemukan di beberapa daerah di dunia tetapi memiliki karakteristik yang berbeda tergantung kondisi lingkungannya. Hal ini disebabkan salah satunya oleh kadar garam/salinitas dari perairan. Pensi yang hidup di perairan danau yang memiliki salinitas yang sangat rendah berbeda dengan kerang yang ditemukan di perairan laut yang memiliki kadar garam yang tinggi. Hal ini juga dikemukakan oleh Santoso et. al (2007), kandungan mineral pada setiap organisme perairan berbeda-beda. Perbedaan tersebut pada umumnya dipengaruhi oleh daya absorpsi makanan dari berbagai zat tersuspensi 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.

Corbicula moltkiana merupakan sejenis kerang air tawar yang dikenal oleh masyarakat Sumatera Barat dengan nama Pensi, tergolong famili *Corbiculidae*. Hewan ini termasuk filum Moluska. Cangkang terdiri atas dua keping (bivalvia) yang berbentuk seperti trapesium. Hewan ini hidup di perairan air tawar yang berlumpur (Bahri, 2006).

Klasifikasi Pensi (*Corbicula moltkiana*) menurut Djajasmita dalam Bahri (2006) adalah sebagai berikut:

Filum : Moluska
Kelas : Bivalvia

Ordo : Eulamellibranchia
Famili : Corbiculidae
Genus : Corbicula
Spesies : moltkiana

Cangkang Pensi memiliki panjang berkisar 9,1-26,7 mm, lebar berkisar antara 7,4-21,2 mm, dan tebal berkisar antara 5,6-15,2 mm. Umumnya berbentuk segitiga lonjong, beruas-ruas konsentrik agak kasar, warna hijau kekuningan sampai kehitaman, dan pada bagian hulunya memudar menjadi putih (Djajasmita dalam Bahri, 2006) seperti yang terlihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Pensi (*Corbicula moltkiana*)

Pensi biasanya terdapat di perairan tergenang atau berarus lambat dengan dasar lumpur berpasir. Sebagian besar dari tubuh Pensi yang hidup di habitat air tawar berupa kulit atau cangkang. Bagian cangkang pada Pensi berkisar antara 41-50 % dari berat total (Khalil, 2003).

2. Morfologi dan kandungan cangkang Pensi (*Corbicula moltkiana*)

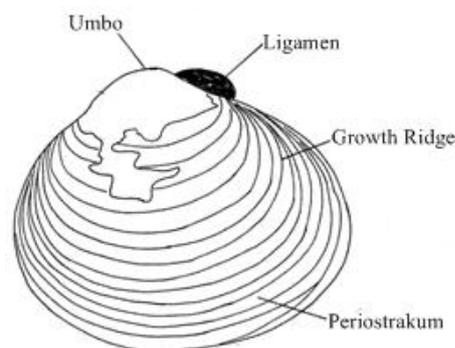
Cangkang adalah rangka luar pada Pensi. Pensi (*Corbicula moltkiana*) memiliki sepasang cangkang disebut juga cangkok atau katup yang biasanya simetri cermin dan terletak di bagian tengah dorsal yang dihubungkan oleh jaringan ikat (ligamen), berfungsi seperti engsel untuk membuka dan menutup cangkang dengan cara mengencangkan dan mengendurkan otot. Kedua cangkang dapat membuka dan menutup karena adanya dua otot adduktor, satu terletak di

bagian anterior dan satunya lagi terletak di bagian posterior. Cangkang bagian dorsal memiliki umbo, yaitu bagian yang menonjol dan merupakan bagian yang tertua (Fox, 2006).

Menurut Fox (2006) dan Prawirohatono (2003), secara umum cangkang *Corbicula sp* tersusun atas zat kapur dan terdiri dari 3 (tiga) lapisan yaitu:

- a. Periostrakum merupakan lapisan terluar, tipis, gelap dan tersusun atas zat tanduk.
- b. Prismatic merupakan lapisan tengah yang tebal, tersusun atas kristal-kristal CaCO_3 berbentuk prisma.
- c. Nakreas merupakan lapisan terdalam yang disebut juga lapisan mutiara, tersusun atas kristal CaCO_3 halus dan berbeda dengan kristal-kristal pada lapisan prismatic. Permukaan cangkang, lekukan, dan tonjolan yang tersusun sedemikian rupa sehingga berbentuk seperti kipas.

Bagian-bagian cangkang *Corbicula* diperlihatkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Bagian-bagian Cangkang *Corbicula sp.*
(Fox, 2006)

Tubuh lunak *Corbicula sp* dilindungi oleh cangkang keras yang tersusun atas kristal karbonat (Khalil, 2003). Sama halnya dengan cangkang kerang, kandungan kalsium karbonat yang terkandung di dalam cangkang Pensi memiliki

kadar yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan batu gamping, cangkang telur, keramik, atau bahan lainnya. Hal ini terlihat dari tingkat kekerasan cangkang. Semakin keras cangkang, maka semakin tinggi kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) nya.

Tubuh lunak *Corbicula sp* dilindungi oleh cangkang keras yang tersusun atas kristal karbonat (Khalil, 2003). Sama halnya dengan cangkang kerang, kandungan kalsium karbonat yang terkandung di dalam cangkang Pensi memiliki kadar yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan batu gamping, cangkang telur, keramik, atau bahan lainnya. Hal ini terlihat dari tingkat kekerasan cangkang. Semakin keras cangkang, maka semakin tinggi kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) nya.

C. Kalsium Karbonat (CaCO_3)

1. Pengertian kalsium karbonat

Kalsium karbonat merupakan senyawa kimia CaCO_3 berwarna putih yang paling umum dari mineral nonsilikat. CaCO_3 terdapat di alam dalam bentuk *limestone* dan kapur. CaCO_3 tidak larut dalam air tetapi sedikit larut dalam air mengandung CO_2 terlarut yang bergabung membentuk bikarbonat $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ seperti reaksi pada *limestone* yang menyebabkan terbentuknya stalaktit dan stalagmit pada gua (Bahanan, 2010).

Struktur dasar yang umum dalam mineral karbonat adalah grup CO_3 . Struktur ini memiliki 3 atom oksigen dengan pusat kristal pada atom C. Ikatan ini merupakan ikatan yang relatif lebih kuat dibanding dengan ikatan kimia lainnya dalam mineral karbonat.

Secara spesifik, kalsium karbonat terjadi dalam dua bentuk yaitu kristal hexagonal yang disebut kalsit, dan orthorombik yang disebut aragonit. Kalsit terdekomposisi pada pemanasan hingga 825°C sedangkan aragonit meleleh pada 1339°C (pada 102,5 atm). Densitas 2,71 gr/cm³ untuk kalsit, dan 2,83 gr/cm³ untuk aragonit, kelarutan dalam air (15 mg/l pada 25°C), dan larut dalam asam (Patnaik, 2002).

2. Struktur dan fasa kalsium karbonat

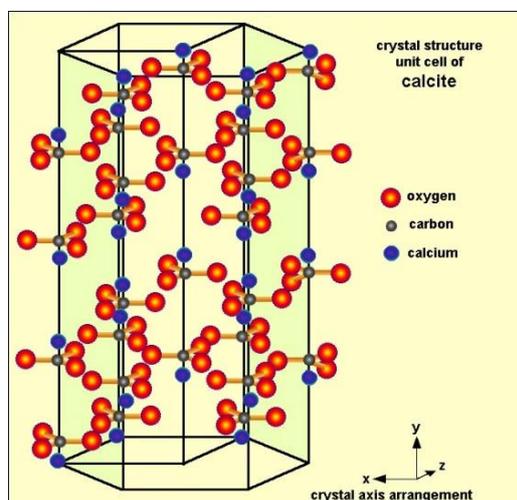
Menurut Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral Indonesia tahun 2015, polimorf dari kristal CaCO₃ ada tiga yaitu kalsit, aragonit, dan vaterit. Masing-masing kristal mempunyai sudut difraksi (2θ) dan indeks miller yang berbeda-beda. Kalsit memiliki indeks miller 104 dengan sudut difraksi 29.5°, aragonit dengan indeks miller 221 pada 2θ 47° dan vaterit mempunyai indeks miller 110 dengan nilai 2θ 25°. Adapun karakteristik dari masing-masing polimorf ini dijelaskan sebagai berikut:

a. Kalsit-CaCO₃

Kalsit merupakan salah satu polimorf CaCO₃ yang secara termodinamika paling stabil pada temperatur dan tekanan ruang. Kalsit merupakan mineral utama pembentuk batu gamping, dengan unsur kimia pembentuknya terdiri dari kalsium (Ca) dan karbonat (CO₃) yang tidak berwarna dan transparan. Unsur kalsium dalam kalsit dapat tersubstitusi oleh unsur logam sebagai pengotor yang dalam prosentasi berat tertentu membentuk mineral lain. Mineral pengotor ini terbentuk karena adanya substitusi unsur Ca oleh unsur logam, seperti Mg, Fe, Mn. Dalam prosentase berat tertentu.

Kalsit biasanya ditemukan pada batu kapur yang berwarna putih sampai abu-abu muda, yang merupakan kumpulan cangkang kerang berukuran halus yang dari 90-99 % kalsit.

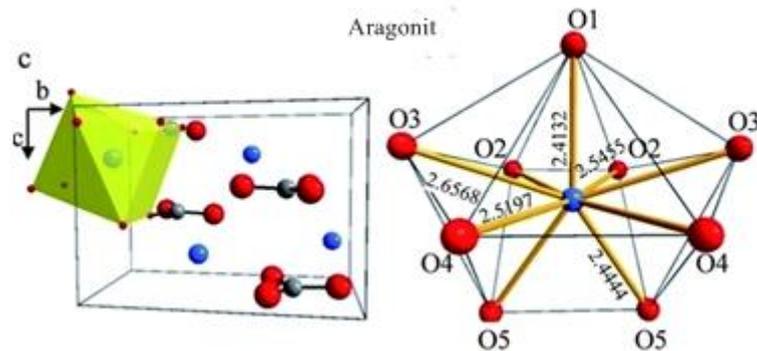
Kalsit- CaCO_3 merupakan bahan isolasi dengan jarak pita yang lebar dengan unit sel rhombohedral, densitas teoretik $2,7 \text{ gr/cm}^3$, grup ruang $R\bar{3}c$, dan konstanta dielektrik 8,19. Struktur kalsit adalah heksagonal dengan parameter kisi $a=4.9896 \text{ \AA}$ dan $c=17.061 \text{ \AA}$. Struktur kristal kalsit ditampilkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Struktur kristal kalsit

b. Aragonit- CaCO_3

Aragonit merupakan salah satu polimorf CaCO_3 berwarna putih kekuningan, abu-abu, kilap kaca, transparan, berat jenis 2.95, dan biasanya merupakan endapan akibat penguapan sumber air panas atau endapan pada gua-gua batu gamping. Aragonit memiliki struktur kristal orthorombik dengan grup ruang $2/m$ dan parameter kisi $a=4.95 \text{ \AA}$, $b=7.96 \text{ \AA}$, $c=5.74 \text{ \AA}$. Struktur kristal aragonit ditampilkan pada Gambar 6.

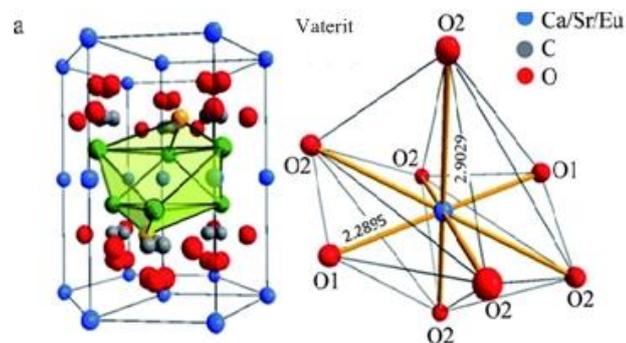


Gambar 6. Struktur kristal aragonit

Aragonit dapat terbentuk secara alami dari proses biologi dan fisika. Aragonit secara termodinamika merupakan polimorf CaCO_3 yang tidak stabil pada suhu dan tekanan standar dan cenderung berubah menjadi kalsit.

c. Vaterit- CaCO_3

Vaterit memiliki struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi $a = 4.13 \text{ \AA}$, $c = 8.49 \text{ \AA}$ (Redfern, 2000) dan berbentuk bulat (*sphere*). Struktur kristal vaterit ditampilkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Struktur kristal vaterit

Vaterit dapat berubah menjadi kalsit dengan mediasi pelarut. Vaterit juga sangat sensitif terhadap waktu reaksi dimana lamanya waktu reaksi vaterit dapat berubah menjadi kalsit.

Dari ketiga polimorfi ini, kalsit merupakan fasa kristal yang paling mudah terbentuk akibat kestabilan fasanya, sedangkan vaterit merupakan fasa yang

paling tidak stabil dan paling sulit terbentuk. Pembentukan fasa vaterit dipengaruhi oleh banyak parameter, seperti: pH, temperatur, dan konsentrasi reaktan. Fasa kristal CaCO_3 berikutnya adalah aragonit. Fasa ini terbentuk dari kondisi supersaturasi rendah dan membutuhkan temperatur larutan tinggi. Fasa aragonit ini biasanya disintesis pada temperatur diatas 60°C . Fasa aragonit akan berubah menjadi kalsit pada suhu $380\text{-}470^\circ\text{C}$ (Yoshioka, 1985).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ficai (2010), fasa kalsium karbonat yang ditemukan di dalam cangkang *corbicula sp* adalah fasa kalsit dan aragonit. Dari penelitian yang dilakukan oleh Ficai tersebut, tidak ada mineral lain seperti vaterit- CaCO_3 dan dolomit- $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, gipsum- $\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ atau basanit $2\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang sering ditemukan di dalam cangkang kerang yang dapat diidentifikasi menggunakan XRD.

3. Peran penting kalsit- CaCO_3 dalam industri

Komponen utama yang terdapat dalam cangkang *Corbicula sp* adalah kalsium dan karbonat yang bergabung membentuk kalsium karbonat CaCO_3 . CaCO_3 adalah salah satu mineral yang keberadaannya berlimpah di permukaan bumi dan ditemukan hampir di seluruh dunia dalam segala bentuk. Kalsium karbonat adalah mineral yang sangat stabil, terdapat dalam berbagai jenis mineral seperti batu kapur, kalsit, marmer, chalk (kapur), aragonit, dan dolomit (kalsium-magnesium karbonat) (Febriana, 2011). Setiap polimorf CaCO_3 memiliki sifat fisis yang berbeda dan masing-masing dibutuhkan pada bidang aplikasi tertentu. Permintaan pasar untuk bahan ini umumnya ditujukan sebagai filler pada industri cat, karet, plastik, pasta gigi, pigmen, pembuatan kertas, dan sebagainya (Yanti, 2012).

Menurut Mohamed (2012), proses perubahan bentuk akibat temperatur (kalsinasi) CaCO_3 bisa diubah menjadi CaO yang digunakan dalam industri dan praktik sehari-hari pada pembersihan air, produksi gelas, material konstruksi, pertanian, dan sebagainya.

Salah satu polimorf kalsium karbonat yaitu kalsit. Penggunaan kalsit meliputi sektor pertanian (misalnya dalam pembuatan campuran pupuk), industri kimia (pembuatan bahan-bahan kimia), makanan, logam dan lainnya. Selain itu, kalsit juga diaplikasikan sebagai bahan pemutih atau pengisi untuk industri kertas, cat, gelas, plastik, karet, dan pasta gigi. Kalsit juga merupakan sumber senyawa CaC yang digunakan untuk membuat semen.

D. Kristal

Kristal terbentuk dari komposisi atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul zat padat yang memiliki susunan berulang dan jarak yang teratur dalam tiga dimensi. Pada kristal tunggal, atom atau penyusunnya mempunyai struktur tetap karena atom-atom atau molekul-molekul penyusunnya tersusun secara teratur dalam pola tiga dimensi dan pola-pola ini berulang secara periodik dalam rentang yang panjang tak berhingga. Sedangkan polikristal dapat didefinisikan sebagai kumpulan dari kristal tunggal yang memiliki ukuran yang sangat kecil dan saling menumpuk yang membentuk benda padat. Struktur *amorf* menyerupai pola hampir sama dengan kristal, akan tetapi pola susunan atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul yang dimiliki tidak teratur.

Keteraturan sifat internal (pada level atomik) sangat mempengaruhi sifat-sifat mekanik, fisik dan kimia material. Sifat-sifat fisik yang khas (seperti

konduktivitas, resistivitas, daya hantar panas, sifat kemagnetan) dari kristal berasal dari struktur, komposisi kimia, dan keadaan ikatan antar atom-atom. Keteraturan sifat internal ini terkadang tidak tampak dari luar (makroskopis).

1. Fasa dan Struktur Kristal

Dalam konteks ilmu dan rekayasa material, fasa adalah bagian dalam suatu material yang berbeda dengan bagian-bagian lainnya dalam hal struktur atau komposisi. Contohnya, garam biasa dengan garam laut yang keduanya memiliki struktur NaCl. NaCl garam biasa dan garam laut berbeda fasa diakibatkan keduanya memiliki komposisi maupun struktur yang berbeda serta terjadi diskontinuitas antara keduanya (Van Vlack, 2004).

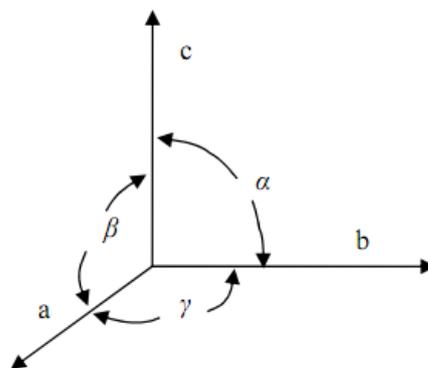
Karakteristik bahan kristal ditentukan oleh ikatan atomik dalam kristal, orientasi bidang kristal, jarak antar bidang kristal dan sistem kristal (Abdullah, 2009). Susunan khas atom-atom dalam kristal disebut sistem kristal atau struktur kristal. Struktur kristal dibangun oleh sel satuan (*unit cell*) yang merupakan sekumpulan atom yang tersusun secara khusus, secara periodik berulang dalam tiga dimensi dalam suatu kisi kristal (*crystal lattice*). Suatu kristal yang terdiri dari jutaan atom dapat dinyatakan dengan ukuran, bentuk, dan susunan sel satuan yang berulang dengan pola pengulangan yang menjadi ciri khas dari suatu kristal (Istiyono, 2000).

Pola dasar atau pola geometri dari kristal dapat diilustrasikan dalam bentuk yang sederhana yang disebut kisi. Kisi merupakan posisi dimana atom-atom penyusun kristal berada. Susunan kisi yang periodik akan membentuk sistem kristal (struktur kristal) dalam bentuk tiga dimensi. Kisi dapat dikatakan sebagai

susunan sejumlah besar sel satuan yang susunannya sama, letaknya berdampingan satu sama lainnya (Suryanarayana, 1998).

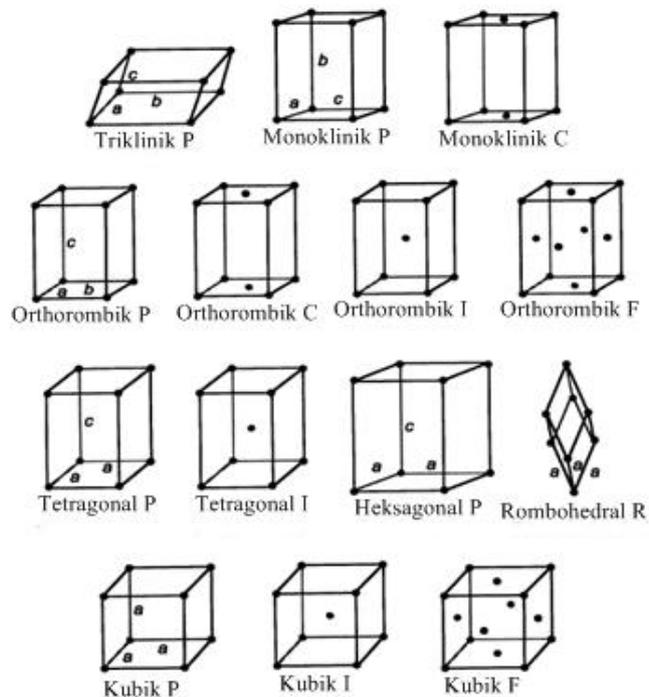
Ada dua jenis kisi yaitu kisi Bravais dan kisi non Bravais. Kisi Bravais adalah kisi yang semua titik kisinya sama atau ekuivalen. Sedangkan dalam kisi non Bravais, beberapa titik kisinya tidak sama. Semua konsep dasar mengenai kristal padat dideskripsikan oleh kisi Bravais, yang menentukan susunan periodik dengan unit kristal yang berulang secara teratur. Posisi dari suatu kisi ditunjukkan oleh vektor-vektor elementer yang disebut dengan vektor basis. Semua titik kisi dapat direproduksi dari kombinasi linear vektor-vektor yang ada.

Sumbu-sumbu a , b , dan c yang ditunjukkan pada Gambar 8 adalah sumbu-sumbu yang dikaitkan dengan parameter kisi kristal dan sudut α , β , dan γ merupakan sudut antara sumbu-sumbu referensi kristal.



Gambar 8. Sumbu dan sudut antar sumbu kristal

Berdasarkan dimensi dan posisi sudut vektor-vektor basis (a , b , c , α , β , γ), ada tujuh macam sistem kristal dan 14 kisi Bravais seperti yang ditampilkan pada Gambar 9 dan Tabel 2.



Gambar 9 . Empat Belas Kisi Bravais (Suryanarayana, 1998)

Tabel 2. Tujuh Sistem Kristal (Suryanarayana, 1998)

No	Sistem Kristal	Parameter Kisi
1	Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
2	Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ; \beta \neq 90^\circ$
3	Orthorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
4	Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
5	Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
6	Trigonal/Rhombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
7	Kubik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Kisi-kisi pada Gambar 9 mendefinisikan suatu pengulangan titik yang periodik. Kita dapat menempatkan atom-atom, molekul-molekul, atau kombinasi atom lain di titik-titik kisi. Struktur kristal terbentuk dari ikatan antara atom-atom penyusun kristal dan orientasi bidang kristal (Suryanarayana, 2009).

2. Bidang Kristal

Suatu kristal memiliki bidang-bidang atom yang mempengaruhi sifat dan perilaku bahan. Dalam sistem tiga dimensi, kisi kristal akan membentuk pasangan bidang sejajar dan berjarak sama yang disebut bidang kisi. Bidang kisi ini akan menentukan arah permukaan dari suatu kristal.

Arah suatu bidang dapat dinyatakan dengan parameter numeriknya. Orientasi bidang kristal dalam suatu kisi baik bidang maupun arah bidang dapat dinyatakan dalam 3 angka yang disebut dengan Indeks Miller. Dimana indeks Miller merupakan harga kebalikan dari parameter numerik yang dinyatakan dengan simbol $(h k l)$.

Untuk membedakannya, maka :

1. Untuk arah bidang digunakan simbol atau lambang $[h, k, l]$

Contoh : $[1, 1, 1]$

2. Untuk bidang kristal digunakan lambang (h, k, l)

Contoh : $(1, 1, 1)$

Bidang kisi yang paling mudah digambarkan adalah bidang-bidang yang membatasi sel satuan disamping bidang lainnya. hkl merupakan bilangan-bilangan bulat seperti 0, 1, 2, 3, dan seterusnya.

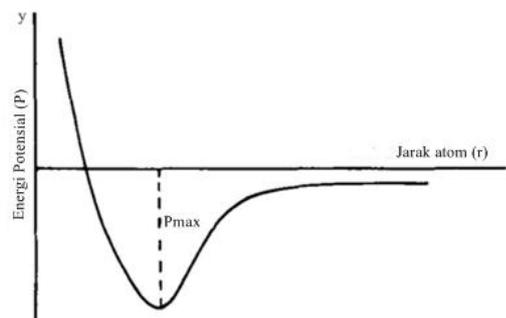
E. Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Fasa dan Struktur Kristal

Proses kalsinasi didefinisikan sebagai pengerjaan sampel pada temperatur tinggi tetapi masih di bawah titik leleh tanpa disertai penambahan reagen untuk mengubah bentuk senyawa dalam konsentrat (Febriana, 2011). Proses kalsinasi yang paling umum diaplikasikan untuk dekomposisi kalsium karbonat (batu

kapur, CaCO_3) menjadi kalsium oksida (kapur bakar, CaO) dan gas karbon dioksida (CO_2). Produk dari kalsinasi biasanya disebut sebagai “kalsin“, yaitu mineral yang telah mengalami proses pemanasan.

Temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap perubahan struktur dari material. Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000) dan peningkatan energi yang memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar. Berubahnya struktur dari material akibat temperatur disebabkan karena ketika suatu material dipanaskan maka akan terjadi peningkatan energi yang memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar (Febrini, 2014).

Peningkatan fraksi aragonit terhadap kenaikan temperatur dapat dijelaskan dari keadaan struktur kristalnya. Ketika disintesis pada temperatur tinggi, ion Ca^{+2} akan mengalami vibrasi lebih kuat karena memperoleh energi termal. Radius relatif dari atom ini menjadi lebih besar sehingga bersinggungan dengan lebih banyak atom oksigen. Peluang penyusunan formasi ini semakin besar seiring dengan meningkatnya temperatur (Riyanto, dkk). Hal ini dapat dilihat dari grafik hubungan antara energi dan jarak antar atom pada Gambar 10.



Gambar 10. Hubungan antara Energi dan Jarak Antar Atom (Van Vlack, 2004)

Gambar 10 memperlihatkan hubungan antara energi terhadap jarak antar atom, semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom akan semakin menjauh. Saat jarak antar atom $r=r_0$, artinya sistem mengalami bentuk. Pada saat inilah energi sistem mencapai harga minimum (D), dan merupakan energi ikat sistem yaitu energi yang diperlukan untuk memisahkan atom menjadi atom-atom bebas (energi kohesif/adhesif). Hal ini dapat terjadi melalui penyerapan energi kalor (pemanasan pada suhu tinggi). Berubahnya jarak antar atom maka akan mempengaruhi struktur dan fasa dari material. Untuk suatu level energi tertentu (suhu), atom-atom dapat saling menjauhi dengan lebih mudah dan lebih sulit untuk menekannya. Apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk mendobrak ikatannya maka akan terjadi proses difusi sehingga atom-atom melompat ke posisi baru (Van Vlack, 2004). Hal ini menunjukkan bahwa atom akan berpindah posisi jika diberikan perlakuan temperatur.

Pada suhu tertentu, tidak semua atom (atau molekul) mempunyai energi yang sama. Terdapat suatu spektrum energi diantara atom-atom mulai dari nilai mendekati nol sampai nilai yang sangat tinggi. Sebaliknya untuk suatu perioda waktu tertentu, suatu atom akan dapat memiliki serangkaian energi mulai dari sekitar nol sampai nilai yang sangat tinggi. Dalam distribusi energi termal, energi kinetik total (E_k) dari satu mol gas naik sebanding dengan naiknya suhu sehingga berlaku persamaan.

$$E_k = 3/2 RT \quad (1)$$

R adalah konstanta gas (1.987 kal/mol K). Dalam satuan SI, nilainya untuk satuan (dalam bukan mol atau $0,602 \times 10^{24}$) adalah $13,8 \times 10^{-24}$ J/K. Besaran ini biasanya

dikenal sebagai *konstanta Boltzmann* (k). Sehingga E_k rata-rata untuk satu molekul gas adalah

$$E_k = 3/2 kT, \quad (2)$$

Pada saat tertentu, beberapa molekul memiliki nilai mendekati nol, banyak molekul akan mempunyai energi mendekati rata-rata, dan beberapa molekul lainnya akan mempunyai energi yang lebih tinggi. Bila suhu naik, maka akan terjadi peningkatan energi rata-rata dari molekul, dan peningkatan jumlah molekul dengan energi melebihi nilai tertentu (Van Vlack, 2004). Artinya, jika temperatur dinaikkan dari energi termal ke energi yang lebih besar dari energi gap-nya, elektron-elektron tersebut akan meninggalkan pita valensi ke pita konduksi. Sehingga keadaan elektron menjadi elektron bebas dan mudah bergerak, meskipun hanya dipengaruhi oleh medan yang kecil dan dengan mudah dapat menghantarkan arus listrik.

F. Tinjauan tentang *X-Ray Diffraction* (XRD)

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. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000).

Sinar-X merupakan radiasi gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 1 \AA , berada di antara panjang gelombang sinar gamma (γ) dan sinar ultraviolet. Sinar-X dihasilkan jika elektron berkecepatan tinggi menumbuk suatu logam target.

Elektron berkecepatan tinggi yang mengenai elektron pada orbital $1s$ akan menyebabkan elektron tereksitasi sehingga menyebabkan kekosongan pada orbital $1s$ tersebut, dengan adanya pengisian elektron pada orbital kosong dari orbital yang lebih tinggi energinya akan memberikan pancaran sinar-X.

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 (Pratapa, 2004).

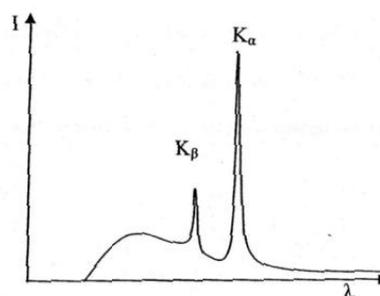
Apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama.

Berkas sinar-X yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi dikenal sebagai Hukum Bragg. Menurut Bragg berkas yang terdifraksi oleh kristal terjadi jika pemantulan oleh bidang sejajar atom menghasilkan interferensi konstruktif. Pemantulan sinar-X oleh sekelompok bidang paralel dalam kristal pada hakekatnya merupakan gambaran dari difraksi atom-atom kristal.

Sinar-X yang diperoleh memberikan intensitas puncak tertentu yang bergantung pada kebolehjadian transisi elektron yang terjadi. Transisi $K\alpha$ lebih

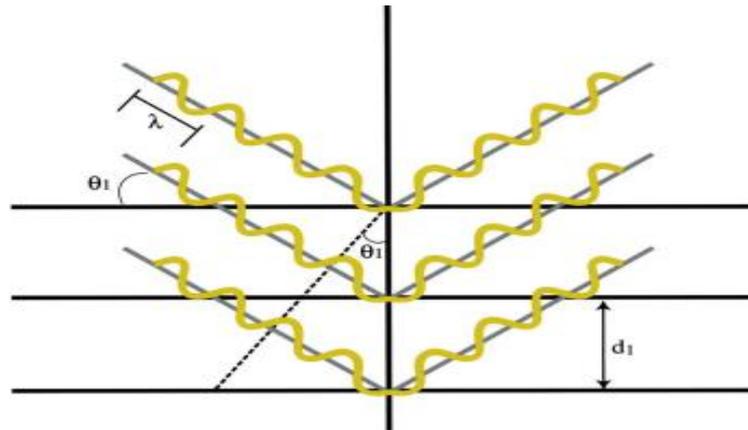
mungkin terjadi dan memiliki intensitas yang lebih tinggi daripada transisi $K\beta$, sehingga radiasi $K\alpha$ yang digunakan untuk keperluan difraksi sinar-X. Sinar-X juga dapat dihasilkan oleh proses perlambatan elektron pada saat menembus logam sasaran. Proses perlambatan ini menghasilkan sinar-X yang disebut sebagai radiasi putih. Terdapat bentuk dasar yang terbentuk oleh radiasi putih dan puncak khas tajam yang bergantung pada kuantisasi transisi elektron (Cullity, 1956).

Sumber sinar-X dengan menggunakan tembaga (Cu) sebagai anoda yang memiliki panjang gelombang sinar-X 145 \AA untuk $K\alpha$ dan 138 \AA untuk $K\beta$. Untuk menganalisa struktur kristal, dibutuhkan sinar-X yang monokromatik atau hanya memiliki satu panjang gelombang saja. Namun pembangkitan sinar-X tidak hanya radiasi $K\alpha$ yang kuat tetapi juga timbul radiasi $K\beta$ yang lemah dan spektrum kontinu. Dalam hal ini peran filter sangat dibutuhkan. Filter digunakan untuk mengabsorpsi radiasi $K\beta$ supaya hasil keluaran sinar-X menjadi monokromatik seperti pada Gambar 11. Dengan melewati sinar-X tersebut pada material filter maka radiasi $K\beta$ yang tidak diinginkan akan terabsorpsi, sedangkan radiasi $K\alpha$ yang cukup kuat akan diteruskan, sehingga diperoleh spektrum sinar-X monokromatik. Beberapa material yang digunakan sebagai filter adalah material yang memiliki nomor atom yang lebih kecil dari nomor atom target.



Gambar 11. Spektrum karakteristik sinar-X (Smallman, 2000)

Difraksi atom-atom kristal sebagai pantulan sinar-X oleh sekelompok bidang-bidang paralel dalam kristal ditampilkan pada Gambar 12. Arah difraksi sangat ditentukan oleh geometri kisi yang bergantung pada orientasi dan jarak antar bidang kristal.



Gambar 12. Difraksi Bragg (Suryanarayana, 1998)

Gambar 12 menunjukkan seberkas sinar mengenai atom pada bidang pertama dan atom pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang pertama dengan bidang berikutnya adalah d . Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang λ , dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dan sudut θ . Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak $n\lambda$. Sedangkan beda jarak lintasan kedua berkas adalah $2d \sin \theta$. Interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang λ , sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta \quad (3)$$

Pernyataan ini adalah hukum Bragg. Pemantulan Bragg dapat terjadi jika $\lambda \leq 2d$, karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan n adalah bilangan bulat 1,2,3, ... (Beiser, 1987). Arah berkas yang dipantulkan oleh atom dalam kristal ditentukan oleh geometri dari kisi kristal yang bergantung pada orientasi

dan jarak bidang kristal. Suatu kristal yang memiliki simetri kubik ($a=b=c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$) dengan ukuran parameter kisi, $a=b=c$, maka sudut-sudut berkas yang didifraksikan dari bidang-bidang kristal (hkl) dapat dihitung dengan rumus jarak antar bidang sebagai berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (4)$$

Dengan mensubstitusikan hukum Bragg ke persamaan 4, diperoleh persamaan:

$$\frac{1}{d^2} = \left(\frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \right) = \frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} \quad (5)$$

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (6)$$

Nilai dari $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ adalah konstan, karena $\sin^2\theta$ sebanding dengan $h^2+k^2+l^2$ setiap kenaikan θ . a , b , dan c adalah parameter kisi dan $h k l$ adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Bidang-bidang dengan indeks miller tertinggi akan terdifraksi.

Persamaan 6 dapat ditulis untuk 2 buah bidang yang berbeda, yaitu

$$\frac{\sin^2\theta_1}{\sin^2\theta_2} = \frac{h_1^2+k_1^2+l_1^2}{h_2^2+k_2^2+l_2^2} \quad (7)$$

Dari Persamaan (6), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi $a = b = c$, dapat digunakan persamaan:

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (8)$$

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (9)$$

$$a = \frac{\lambda}{2\sin\theta}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (10)$$

Dan untuk mengidentifikasi kisi bravais dapat diketahui dari perbandingan nilai hkl nya yaitu:

Primitif 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 16,...

Bodi centered 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, ...

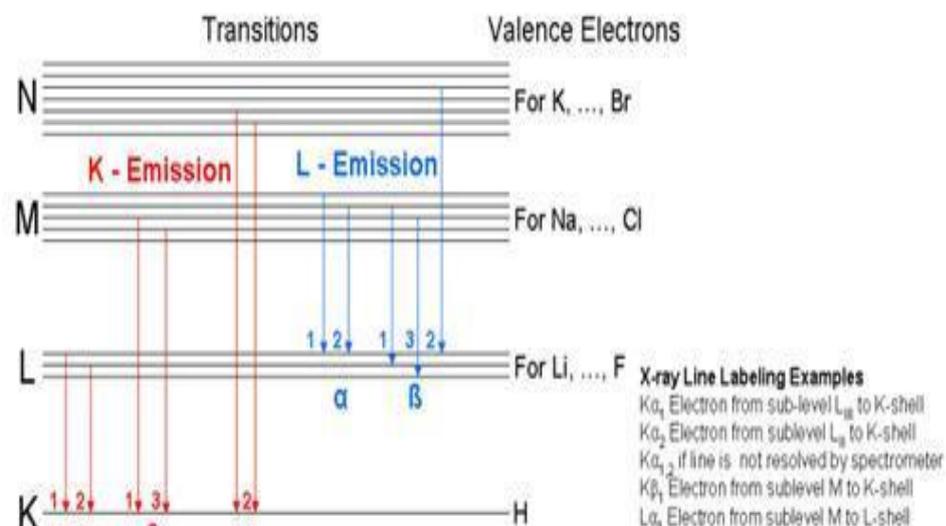
Face centered 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20, 24, 27,32,...

Struktur kristal ditentukan dengan difraksi sinar-X. Jarak antar bidang dapat dihitung hingga empat atau lebih angka signifikan dengan mengukur sudut difraksi. Ini merupakan dasar untuk menentukan jarak inter atomik dan menghitung jari-jari atom (Van Vlack, 2004). Penentuan orientasi kristal dilakukan dengan mengamati pola berkas difraksi sinar-X yang dipantulkan oleh kristal. Untuk XRD, pola difraksi diamati sebagai fungsi sudut 2θ . Pola difraksi yang terjadi kemudian dibandingkan dengan JCPDS/ICDD sebagai data standar.

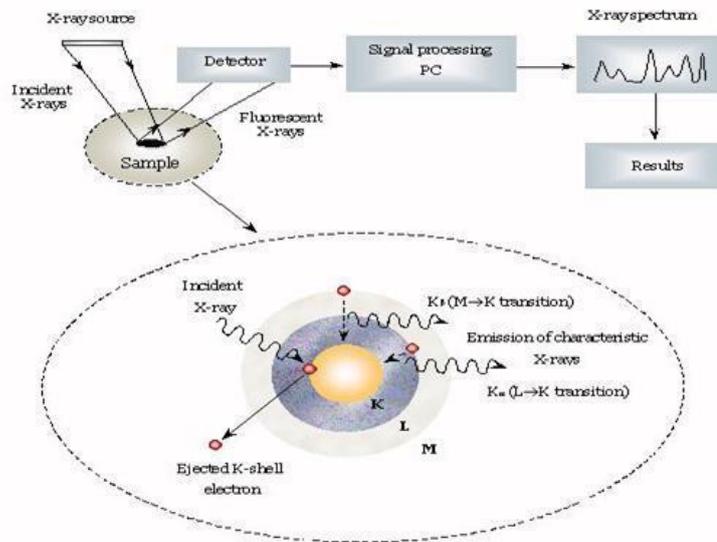
G. Tinjauan tentang X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel dengan menggunakan metode spektrometri. XRF umumnya digunakan untuk menganalisa unsur dalam mineral atau batuan. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar-X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi.

Apabila terjadi eksitasi sinar-X primer yang berasal dari tabung X-ray atau sumber radioaktif mengenai sampel, sinar-X dapat diabsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses dimana sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila sinar-X primer memiliki cukup energi, elektron pindah dari kulit yang di dalam menimbulkan kekosongan. Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil. Apabila atom kembali pada keadaan stabil, elektron dari kulit luar pindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi sinar-X yang tertentu dan berbeda antara dua energi ikatan pada kulit tersebut. Emisi sinar-X dihasilkan dari proses yang disebut X-Ray Fluorescence (XRF). Proses deteksi dan analisa emisi sinar-X disebut analisa XRF. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Sehingga sering terdapat istilah $K\alpha$ dan $K\beta$ serta $L\alpha$ dan $L\beta$ pada XRF. Jenis spektrum X-ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda.



Gambar 13. Transisi Elektron



Gambar 14. Prinsip pengukuran dengan XRF

X-Ray fluoresensi digunakan dalam berbagai aplikasi, termasuk penelitian dalam petrologi batuan beku, sedimen, dan metamorf tanah survei pertambangan (misalnya, mengukur nilai kadar) produksi semen keramik dan kaca manufaktur metalurgi (misalnya, kualitas kontrol), kajian lingkungan (misalnya, analisis partikel pada filter udara). Industri minyak bumi (misalnya kandungan sulfur dari minyak mentah dan produk minyak bumi) bidang analisis dalam studi geologi dan lingkungan. X-Ray fluoresensi sangat cocok untuk penyelidikan yang melibatkan analisis kimia unsur mayor (Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P) dalam batuan dan sedimen massal kimia analisis unsur minor (dalam kelimpahan > 1 ppm; Ba, Ce, Co, Cr, Cu, Ga, La, Nb, Ni, Rb, Sc, Sr, Rh, U, V, Y, Zr, Zn) dalam batuan. Fluoresensi sinar-X terbatas pada analisis sampel yang relatif besar, biasanya > 1 gram bahan yang dapat dipersiapkan dalam bentuk bubuk dan dihomogenisasikan dengan bahan yang komposisinya mirip.

XRF dalam aplikasinya memiliki keunggulan yaitu mudah digunakan dan sampel dapat berupa padat, bubuk (butiran) dan cairan, tidak merusak sampel,

sampel utuh dan analisa dapat dilakukan berulang-ulang, banyak unsur yang dapat dianalisa sekaligus (Na- U), konsentrasi ppm hingga 100%, hasil keluar dalam beberapa detik (hingga beberapa menit, tergantung aplikasi), menjadi metoda analisa unsur standar dengan banyaknya metoda analisa ISO dan ASTM yang mengacu pada analisa XRF. Selain itu, XRF juga memiliki kelemahan yaitu tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti.

H. Tinjauan tentang Software Pengolah Data X-Ray Diffraction (XRD)

Teknik karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) merupakan teknik analisis untuk mengetahui struktur dan fasa dari suatu material yang diuji. Hasil pengujian yang diperoleh adalah berupa difraktogram. Untuk mengetahui struktur dan fasa dari material uji maka dilakukan pengolahan data langsung menggunakan software pengolah data XRD yaitu software *Highscore Plus*.

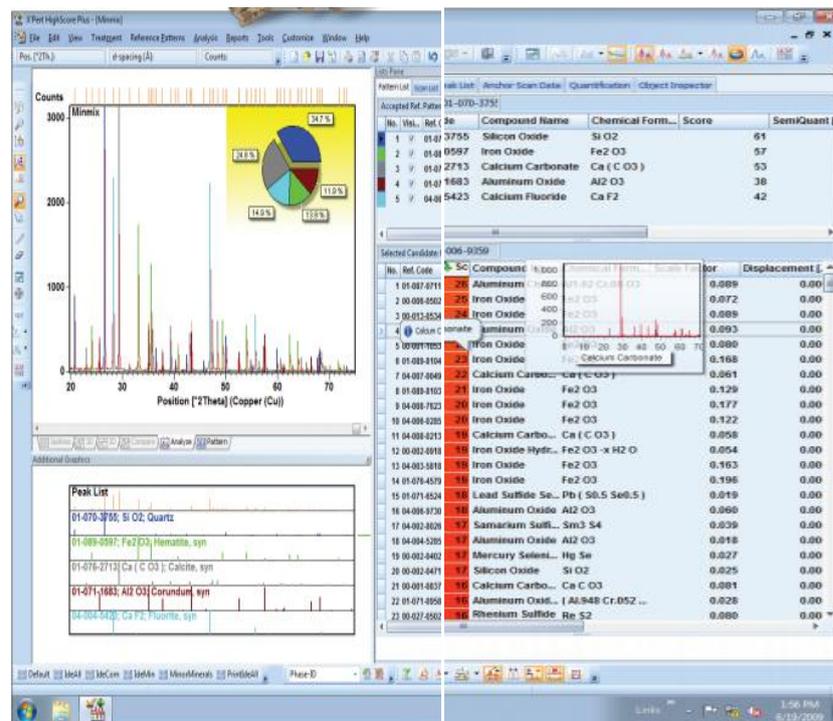
Software *Highscore plus* merupakan perangkat lunak yang digunakan untuk menganalisis dan memanipulasi data difraksi serbuk. Highscore pada dasarnya bertujuan untuk mengidentifikasi fasa dan menampilkan bermacam-macam data difraksi. *Highscore plus* terdiri atas kristalografi dan analisis rietveld untuk identifikasi fasa.

Highscore dapat berupa pencarian residu dan identifikasi fasa secara otomatis. Database yang digunakan dalam software ini yaitu database ICDD. Dalam analisis kristalografi dimasukkan empat (4) metoda yaitu indeks (pencarian sel), penghalusan unit sel, transformasi, dan standarisasi. Software ini juga melakukan analisis Rietveld secara kualitatif dan kuantitatif.

Software *Highscore Plus* dapat menerjemahkan grafik hubungan antara intensitas sinar-x dan sudut yang dibentuk untuk mengetahui struktur kristal dari sampel, unsur, dan parameter kisi dari suatu material yang diuji. Perbandingan antara puncak-puncak intensitas pada sudut difraksi tertentu terhadap intensitas yang paling signifikan disebut dengan intensitas relatif. Persamaan intensitas relatif sebagai berikut:

$$I_r = \frac{I}{I_{max}} \times 100\%$$

dengan I_r adalah intensitas relatif, I adalah nilai intensitas pada sudut difraksi tertentu dan I_{max} adalah nilai intensitas yang paling signifikan. Nilai puncak intensitas relatif yaitu nilai intensitas yang dihasilkan dari perbandingan intensitas terukur dengan intensitas maksimum, sudut difraksi 2θ dan jarak antar bidang d_{hkl} yang diperoleh. Puncak-puncak yang diperoleh dari hasil pengukuran dapat ditentukan karakteristik dari mineral dengan mencocokkan puncak-puncak dengan database mineral yang sudah ada. Adapun salah satu contoh analisis data difraksi serbuk menggunakan software ini diperlihatkan pada Gambar 15.



Gambar 15. Salah satu identifikasi fasa secara otomatis dan analisis kuantitatif dari campuran mineral dengan menggunakan *software Highscore plus*.

I. Penelitian yang Relevan

Limbah cangkang kerang khususnya *corbicula*, pemanfaatannya belum maksimal sekedar digunakan untuk hiasan. Secara umum, komposisi kalsium pada cangkang kerang adalah sebesar 66,70 %, silica 7,88 %, magnesium 22,28 %, dan sisanya material lain (Kurniawan, 2014). Hal ini menunjukkan komposisi kalsium dalam cangkang kerang lebih banyak dibandingkan dengan material lainnya.

Penelitian yang dilakukan oleh Belgies dkk (2011) dan Dahlan (2013) terhadap cangkang kerang ranga yang diambil di perairan Belitung, hasilnya memperlihatkan bahwa kalsium yang terkandung pada serbuk cangkang kerang ranga adalah kalsium karbonat (CaCO_3). Puncak-puncak tertinggi terjadi pada sudut $18,20^\circ$, $29,52^\circ$, $34,23^\circ$. Selain fasa CaCO_3 , terdapat fasa CaO dengan

intensitas yang kecil pada sudut $54,42^\circ$. Muncul fasa CaO dikarenakan beberapa senyawa CaCO_3 sudah berubah fasa pada saat mengurangi kadar air. Pengamatan terhadap parameter kisi sampel memperlihatkan tingkat akurasi sampai 99%.

Penelitian terhadap cangkang spesies *Corbicula sp* juga telah dilakukan oleh Ficai, dkk (2010). Cangkang yang digunakan ini merupakan cangkang spesies *Corbicula* yang berasal dari Romania. Ia mengemukakan bahwa fasa kalsium dalam cangkang *Corbicula sp* bisa digunakan sebagai biomaterial untuk pengganti tulang. Dari hasil penelitiannya diketahui bahwa senyawa yang terkandung pada cangkang *Corbicula sp* adalah kalsium karbonat dengan fasa kalsit dan aragonit. Berdasarkan analisa dengan XRD didapatkan komposisi cangkang terdiri dari 1,83 % material organik dan 98,17 % kalsium karbonat. Dan diketahui juga penguraian kalsium karbonat terjadi di atas suhu 736°C .

Menurut Saryati (2012), kulit kerang terutama terdiri dari CaCO_3 , dan mengalami dekomposisi mulai pada suhu sekitar 700°C , dan menurut perhitungan terjadi pengurangan berat sekitar 44%. Penelitian ini dilakukan proses kalsinasi untuk memurnikan kalsium yang terdapat di dalam cangkang.

Studi tentang pengaruh suhu kalsinasi juga telah dilakukan oleh Kurniawan, dkk (2014) terhadap kekerasan bentuk morfologi untuk aplikasi biomaterial. Dari penelitian ini diketahui bahwa suhu pemanasan tinggi akan mempengaruhi bentuk mikrostruktur serta keporian pada permukaan sampel serta menyebabkan nilai kekerasan semakin tinggi.

Kamba, dkk (2013) mengungkapkan berdasarkan hasil penelitiannya menunjukkan bahwa cangkang kerang terdiri dari aragonit-kalsium karbonat, yang tidak stabil dan lebih padat daripada kalsit. Bahan-bahan ini dapat dibuat sebagai

bahan biomaterial untuk aplikasi medis. Dari penelitian ini diketahui bahwa transformasi aragonit ke kalsit terjadi pada temperatur 300-373⁰C dan 600-700⁰C dengan kehilangan berat sebesar 41% dari berat sampel.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Mohamed (2012) dan Hazmi (2007), terhadap analisis kimia dengan menggunakan XRF, menunjukkan bahwa kandungan cangkang kerang (*cockle shell* di Malaysia) berturut-turut terdiri atas 98.99% dan 98.70% CaC, 0.51% dan 0.05% Mg, 0.078% dan 0% Si, 0% dan 0.9% Na, dan <0.1% material lain. Dari penelitiannya juga didapatkan informasi bahwa meskipun kalsit merupakan polimorf paling stabil dalam kalsium karbonat, aragonit memiliki kerapatan dan kekerasan yang lebih tinggi sehingga dapat diaplikasikan dalam plastik, kertas, serat gelas, dan industri lainnya. Analisis ini juga menunjukkan adanya kandungan lime pada cangkang baik sebelum dan setelah dikalsinasi.

Berdasarkan beberapa hasil penelitian di atas, terlihat bahwa temperatur kalsinasi mempengaruhi struktur dan fasa dari suatu material yang diuji.

BAB V

PENUTUP

A. 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-CaCO₃ yang diperoleh dari penelitian ini adalah pada temperatur 400⁰C. Pada temperatur ini fasa yang terbentuk didominasi oleh kalsit.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan informasi tentang kalsit dalam cangkang Pensi yang terdapat di danau Maninjau. Dalam penelitian ini belum didapatkan temperatur optimal untuk mendapatkan fasa kalsit. Pada penelitian selanjutnya disarankan untuk menaikkan temperatur kalsinasi sehingga dapat diketahui temperatur optimal untuk mendapatkan kalsit. Informasi mengenai besarnya temperatur untuk mendapatkan kalsit dalam

cangkang Pensi diharapkan dapat dijadikan sebagai referensi dan diaplikasikan dalam bidang industri sehingga limbah cangkang pensi dapat bernilai ekonomis.