

PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP  
KARAKTERISTIK KALSIMUM KARBONAT ( $\text{CaCO}_3$ ) DALAM  
CANGKANG KEONG SAWAH (*Pila ampullacea*)  
YANG TERDAPAT DI KABUPATEN  
PASAMAN

SKRIPSI

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



Oleh :

HARYONA DELVITA

NIM. 1101425

JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2015

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakteristik Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dalam Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*) yang Terdapat di Kabupaten Pasaman

Nama : Haryona Delvita

NIM : 1101425

Program Studi : Fisika

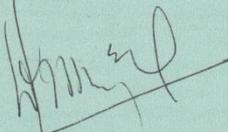
Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 10 Juli 2015

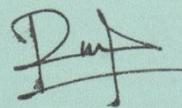
Disetujui oleh :

Pembimbing I



Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si  
NIP. 19530309 198003 2 001

Pembimbing II



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

PENGESAHAN SKRIPSI

Nama : Haryona Delvita  
NIM : 1101425  
Program Studi : Fisika  
Jurusan Fisika : Fisika  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

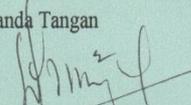
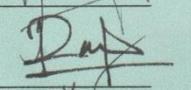
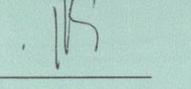
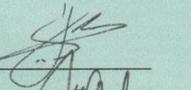
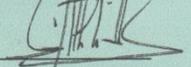
dengan judul

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP  
KARAKTERISTIK KALSIUM KARBONAT ( $\text{CaCO}_3$ ) DALAM  
CANGKANG KEONG SAWAH (*Pila ampullacea*)  
YANG TERDAPAT DI KABUPATEN  
PASAMAN**

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan tim penguji Skripsi  
Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang

Padang, 30 Juli 2015

Tim Penguji

Nama	Tanda Tangan
1. Ketua : Dr. Hj. Djusmaini Djamal, M.Si	1. 
2. Sekretaris : Dr. Ramli, S.Pd, M.Si	2. 
3. Anggota : Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	3. 
4. Anggota : Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si	4. 
5. Anggota : Zuhendri Kamus, S.Pd, M.Si	5. 

## SURAT PERNYATAAN

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

Padang, 30 Juli 2015

Saya yang menyatakan,



Haryana Delvita

## ABSTRAK

**Haryona Delvita : Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakteristik Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dalam Cangkang Keong Sawah ( *Pila ampullacea* ) yang Terdapat di Kabupaten Pasaman**

Belum termanfaatkannya cangkang keong sawah secara maksimal sehingga menjadi limbah yang berserakan yang dapat merusak lingkungan dan menimbulkan bau busuk. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian terhadap kandungan mineral yang terdapat pada cangkang keong sawah untuk mengetahui kadar kalsium yang terkandung di dalamnya dan pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap karakteristik  $\text{CaCO}_3$  yang terdapat dalam cangkang keong sawah sehingga dapat dimanfaatkan untuk sesuatu yang berdaya guna dalam kehidupan.

Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimen yang dilaksanakan di Laboratorium Material Jurusan Fisikadan Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang. Pada penelitian ini dilakukan variasi terhadap temperatur kalsinasi . untuk mendapatkan data kadar kandungan kalsium pada cangkang keong sawah digunakan *X-Ray Flouresnce* (XRF) dan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, dan ukuran butir kristal digunakan alat karakterisasi *X-Ray Diffractinon* (XRD).

Pada penelitian ini diperoleh data pengujian XRF berupa kadar kandungan kalsium cangkang keong sawah adalah 93,438%. Berdasarkan data pengujian XRD diperoleh informasi bahwa akibat temperatur kalsinasi terjadi transformasi fasa aragonite ke fasa calcite. Meningkatnya temperatur kalsinasi menyebabkan perubahan struktur  $\text{CaCO}_3$  dari struktur Ortorhombik ke struktur Hexagonal. Meningkatnya temperatur kalsinasi, ukuran butir  $\text{CaCO}_3$  ada yang meningkat sampai dengan suhu tertentu dan kemudian menurun, seperti ukuran butir aragonite meningkat dari sebelum dikalsinasi 83,872 nm menjadi 106,302 nm setelah dikalsinasi pada temperatur 380°C. Sedangkan fasa calcite memiliki ukuran butir pada temperatur 380°C, 410°C, 440°C, 470°C dan 500°C masing-masing 118,983 nm, 139,882 nm, 137,067 nm, 140,047 nm dan 63,533 nm.

**Kata Kunci :**  $\text{CaCO}_3$  cangkang keong sawah, Fasa, Struktur, Ukuran butir, dan variasi temperatur kalsinasi

## KATA PENGANTAR

Syukur *Alhamdulillah* penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang maha memiliki ilmu dan maha luas ilmu-Nya berkat rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga penulis bisa menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakteristik Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dalam Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*) yang Terdapat di Kabupaten Pasaman. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana sains pada Program Studi Fisika, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

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 banyak terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Hj.Djusmaini Djamas, M.Si., sebagai pembimbing I sekaligus penasehat akademik 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, S.Pd. 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. Ratnawulan, M.Si., Ibu Dra. Hj. Yenni Darvina M.Si., Bapak Zuhendri Kamus, S.Pd, M.Si., selaku penguji pada skripsi ini.
4. Bapak Drs. Akmam, M.Si., sebagai Ketua Jurusan Fisika FMIPA UNP.

5. Ibu Dra. Yurneti, M.Si, sebagai Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA UNP.
6. Ibu Dra. 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. Rekan-rekan mahasiswa jurusan Fisika FMIPA UNP yang selalu memotivasi penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
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. 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 pembaca semua. Semoga semua bantuan, kritik dan saran yang telah diberikan menjadikan masukan positif bagi kita.

Padang, 30Juli 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>i</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>ii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>x</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang Masalah .....	1
B. Rumusan Masalah .....	4
C. Batasan Masalah .....	4
D. Pertanyaan Penelitian .....	5
E. Tujuan Penelitian .....	5
F. Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Deskripsi Kecamatan Simpang- Alahan Mati .....	7
B. Klasifikasi Keong Sawah .....	8
C. Cangkrang Keong Sawah ( <i>Pila ampullacea</i> ) .....	10
D. Kalsium Karbonat (CaCO <sub>3</sub> ) .....	11
1. Sifat Fisik dan Kimia Kalsium Karbonat (CaCO <sub>3</sub> ) .....	11
2. Struktur dan Sistem Kalsium Karbonat .....	12
3. Peran Kalsium Karbonat dalam Industri .....	14

<b>E. Kristalografi</b> .....	15
1. Kristal.....	15
2. Struktur atau Sistem Kristal .....	16
<b>F. Pengaruh Temperatur Kalsinasi</b> .....	18
1. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Struktur Kristal dan Fasa .....	19
2. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Ukuran Butir Kristal .....	22
<b>G. X-Ray Diffraction (XRD)</b> .....	23
1. Sinar X.....	23
2. Difraksi Sinar X.....	23
3. Cara Kerja XRD .....	26
4. Panalytical X'Pert High Score dan X'Pert Highscore Plus .....	28
<b>H. X-Ray Fluorescence (XRF)</b> .....	29

### **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

A. Rancangan Penelitian .....	32
B. Waktu dan Tempat Penelitian .....	32
C. Variabel Penelitian .....	32
D. Prosedur Penelitian .....	33
1. Persiapan Penelitian .....	33
2. Pelaksanaan Penelitian .....	37

**BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

A. Hasil Penelitian ..... 41

B. Pembahasan ..... 61

**BAB V PENUTUP**

A. Kesimpulan ..... 66

B. Saran ..... 67

**DAFTAR PUSTAKA** ..... 68

**LAMPIRAN**..... 71

## DAFTAR TABEL

Tabel :	Halaman
1. Tujuh sistem kristal.....	18
2. Kandungan Cangkang Keong sawah .....	42
3. Fasa kalsium karbonat yang terbentuk pada masing-masing temperatur .....	50
4. Struktur kristal masing-masing fasa penyusun kalsium karbonat.....	51
5. Ukuran butir kristal sampel cangkang keong sawah sebelum dikalsinasi.....	52
6. Ukuran butir kristal sampel bijih besi setelah dikalsinasi pada temperatur 380°C .....	53
7. Ukuran butir kristal sampel bijih besi setelah dikalsinasi pada temperatur 410°C .....	55
8. Ukuran butir kristal sampel bijih besi setelah dikalsinasi pada temperatur 440°C .....	57
9. Ukuran butir kristal sampel bijih besi setelah dikalsinasi pada temperatur 470°C .....	58
10. Ukuran butir kristal sampel bijih besi setelah dikalsinasi pada temperatur 500°C .....	60

## DAFTAR GAMBAR

Gambar :	Halaman
1. Peta Kecamatan Simpang Alahan Mati .....	7
2. <i>Pila ampullacea</i> .....	9
3. Struktur kristal Kalsium Karbonat .....	12
4. Struktur kristal aragonit.....	13
5. Struktur kristal kalsit.....	14
6. Ilustrasi perbedaan antara kristal tunggal, polikristalin dan amorf.....	15
7. Empat belas kisi Bravais .....	17
8. Energi dan pemuaian.....	19
9. Hambatan energi yang memisahkan keadaan struktural.....	21
10. Difraksi sinar X oleh kristal .....	24
11. Skema kerja XRD .....	27
12. Hasil pengukuran berupa difraktogram.....	28
13. <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i> .....	33
14. <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> .....	35
15. Spatula.....	35
16. <i>Furnace</i> .....	35
17. Desikator .....	36
18. Penjepit .....	36
19. Cawan porselen .....	36
20. Diagram alir penelitian.....	40
21. Data hasil pengukuran XRF cangkang keong sawah.....	41
22. Analisis hasil pengukuran XRD sampel sebelum dikalsinasi .....	43
23. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 380°C .....	44
24. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 410°C .....	45
25. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 440°C .....	46
26. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 470°C .....	47
27. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 500°C .....	48

28. Pola XRD cangkang keong sawah sebelum kalsinasi, 380<sup>0</sup>C,  
410<sup>0</sup>C, 440<sup>0</sup>C dan 470<sup>0</sup>C, 500<sup>0</sup>C..... 49

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran:	Halaman
1. Data hasil pengukuran XRF .....	71
2. Perbandingan data hasil pengukuran dengan database mineral .....	72
3. Ukuran Butir .....	78

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Padi merupakan tanaman pangan pokok yang paling penting di Indonesia. Jika produktivitas padi menurun, maka akan memberikan dampak negatif terhadap masyarakat karena berkurangnya ketersediaan beras yang merupakan makanan pokok bagi masyarakat Indonesia. Salah satu faktor yang menyebabkan menurunnya produksi padi adalah hama dan penyakit tumbuhan (Harahap dan Tjahjono, 2003). Hama yang penyebarannya cukup luas dan banyak merusak tanaman padi adalah keong, kerusakan yang ditimbulkan oleh keong dapat mencapai intensitas 13,2 – 96,5 % (Pitojo, 1996).

Keong merupakan hewan tak bertulang belakang dengan cangkang sebagai alat perlindungan diri. Keong sawah (*Pila ampullacea*) adalah sejenis siput air tawar dan mudah dijumpai di sawah, parit, serta danau. Bentuknya menyerupai siput murbai (keong mas), tetapi keong sawah memiliki warna cangkang hijau pekat sampai hitam. Hewan ini dikonsumsi secara luas di berbagai wilayah Asia Tenggara dan memiliki nilai gizi yang baik karena mengandung protein yang cukup tinggi. Kandungan gizi keong sawah antara lain protein 51,8%, lemak 13,61%, serat 6,09%, kadar abu 24% (Tarigan, 2008). Oleh karena itu pemanfaatan daging keong sawah sangatlah potensial. Daging keong sawah dapat dimanfaatkan sebagai bahan alternatif pembuatan kecap dan dapat juga dijadikan bahan dasar pembuatan nugget. Namun pemanfaatan keong sawah ini hanya

terfokus pada dagingnya saja sedangkan cangkangnya belum dimanfaatkan secara optimal.

Dari potensi kecamatan Simpang Alahan Mati sebagai daerah yang mayoritas penduduknya adalah petani padi, ancaman hama keong ini sangatlah besar, mengingat keong berkembang biak dengan sangat cepat. Saat ini para petani hanya membuang keong tersebut keluar dari area persawahan dan terkadang hanya dimanfaatkan sebagai makanan itik. Namun sebagian besar belum dimanfaatkan dan hanya menjadi limbah yang berserakan yang dapat merusak lingkungan dan menimbulkan bau busuk. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian terhadap kandungan mineral yang terdapat pada cangkang keong sawah.

Kandungan mineral yang utama pada gastropoda berupa kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ), zat besi, magnesium, kalium dan fosfor. Kalsium karbonat berpotensi sebagai bahan yang banyak digunakan dalam bidang industri diantaranya, industri pulp dan kertas, industri ban mobil dan motor, industri cat, industri pembuatan pipa PVC dan industri pasta gigi.

Mineral  $\text{CaCO}_3$  terdapat dalam tiga fasa yaitu aragonit, kalsit dan vaterit. Masing – masing fasa ini memiliki sifat yang berbeda. Kalsit merupakan fasa yang stabil pada temperatur ruang, sedangkan vaterit dan aragonit merupakan fasa metastabil yang dapat bertransformasi ke dalam fasa stabil (kalsit) (Hann dkk, 2005). Untuk mengetahui sifat bahan ini, perlu dibahas struktur atom, struktur butir, struktur kristalin dan perilaku bahan dalam bentuknya yang utuh (Alexander, 1985).

Dua polimorf umum  $\text{CaCO}_3$  adalah aragonit (ortorombik) dan kalsit (trigonal) (S.Meejo, 2004). Koeksistensi fasa aragonit dan kalsit pada cangkang keong untuk sampel yang tidak dipanaskan dan yang dipanaskan lebih rendah dari  $500^\circ\text{C}$ . Transformasi dari aragonit ke kalsit berakhir pada suhu  $500^\circ\text{C}$  (S.Meejo, 2004), sementara itu menurut Yoshioka (1985), aragonit akan berubah menjadi kalsit pada suhu  $380 - 470^\circ\text{C}$ .

Aplikasi dari kalsium karbonat ditentukan oleh struktur kristal, fasa dan ukuran butir dan sebagainya. Dari struktur kristal dan fasa akan dapat dilihat sifat kalsium karbonat tersebut, begitupun dengan mengetahui ukuran butirnya akan dapat diketahui pengaplikasian kalsium karbonat yang cocok. Pembentukan struktur kristal, fasa dan ukuran butir dari kalsium karbonat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya supersaturasi, pH larutan suspensi, temperatur, dan sebagainya (J.Prah, 2011).

Berdasarkan uraian di atas, penulis ingin meneliti bagaimana pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal, fasa dan ukuran butir kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) cangkang keong yang terdapat di area persawahan kecamatan Simpang Alahan Mati kabupaten Pasaman. Penelitian ini perlu dilakukan dalam upaya pemanfaatan limbah menjadi sesuatu yang berdaya guna dalam kehidupan. Dengan mengetahui sifat fisis dari mineral yang ada pada cangkang keong ini bisa dijadikan sebagai tinjauan literatur dan dasar bagi peneliti selanjutnya.

## **B. Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan maka dapat dirumuskan permasalahan dalam penelitian ini yaitu:

1. Berapa kadar kandungan kalsium pada cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman?
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap perubahan fasakalsium karbonat dalam cangkang keongsawah yang terdapat di kabupaten Pasaman ?
3. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal kalsium karbonat dalam cangkang keongsawah yang terdapat di kabupaten Pasaman ?
4. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap ukuran butir kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman ?

## **C. Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Cangkang keong sawah diambil di area persawahan kecamatan Simpang-Alahan Mati Kabupaten Pasaman.
2. Variasi temperatur, 380°C, 410°C, 440°C, 470°C dan 500 °C.
3. Karakteristik kalsium karbonat yang diteliti adalah:
  - a. Fasa yang terbentuk
  - b. Sistem kristal ( Parameter kisi : a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dan grup ruang).
  - c. Ukuran butir

#### **D. Pertanyaan Penelitian**

Adapun pertanyaan penelitian ini adalah:

1. Berapa kadar kalsium yang terkandung dalam cangkang keong sawah di kabupaten Pasaman?
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap perubahan fasa kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman ?
3. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman ?
4. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap ukuran butir kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman ?

#### **E. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menyelidiki kadar kalsium yang terkandung dalam cangkang keong sawah di kabupaten Pasaman?
2. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi terhadap perubahan fasa kalsium karbonat dalam keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman.
3. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman.

4. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi terhadap ukuran butir kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di kabupaten Pasaman.

#### **F. Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi terhadap karakteristik mineral kalsium karbonat dalam cangkang keong sawah yang terdapat di Kecamatan Simpang-Alahanmati Kabupaten Pasaman.
2. Meningkatkan pemahaman dan penerapan ilmu fisika terutama pada bidang karakterisasi XRD dan XRF.
3. Menjadi literatur tambahan bagi peneliti selanjutnya.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Deskripsi Kecamatan Simpang – Alahan Mati

Kecamatan Simpang – Alahan Mati adalah salah satu kecamatan yang terdapat di Kabupaten Pasaman yang merupakan pemekaran dari kecamatan Bonjol. Kecamatan Simpang Alahan Mati terletak pada 100° 08' – 100° 12' BT dan 00° 04' – 00° 03' LS dengan luas daerah 69,56 Km<sup>2</sup> berada dalam wilayah Kabupaten Pasaman dengan ketinggian 100 – 890 meter diatas permukaan laut. Peta kecamatan Simpang Alahan Mati dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Peta Kecamatan Simpang Alahan Mati

Gambar 1 menjelaskan bahwa Kecamatan Simpang Alahan mati terdiri atas dua Nagari yaitu Nagari Simpang dan Nagari Alahan Mati. sebelah Utara

Kecamatan Simpang Alahan Mati berbatasan dengan Kecamatan Lubuk Sikaping, sebelah Timur dan di sebelah Selatan berbatasan dengan Kecamatan Bonjol, sedangkan di sebelah Barat berbatasan dengan Kecamatan Tigo Nagari.

Mayoritas sumber pencaharian penduduk kecamatan Simpang Alahan Mati adalah bertani. Pada umumnya masyarakat Simpang Alahan Mati bertani padi namun ada juga sebagian kecil yang berkebun, dengan lahan pertanian padi sawah seluas 1478 hektar, padi ladang seluas 18 hektar dan luas area perkebunan 238 hektar (BPS Pasaman,2014). Lahan persawahan penduduk tidak pernah terlepas dari hama padi diantaranya babi, tikus dan keong. Akhir – akhir ini yang selalu menjadi masalah besar bagi petani adalah keong. Perkembang biakan keong yang sangat pesat sering kali menyebabkan petani harus mempercepat mengeringkan sawah mereka, sehingga dapat menurunkan hasil panen.

#### **B. Klasifikasi Keong Sawah ( *Pila ampullacea* )**

Keong sawah (*Pila ampullacea*) adalah sejenis siput air yang mudah dijumpai di perairan tawar Asia tropis, seperti di sawah, aliran parit, serta danau. Hewan bercangkang ini dikenal pula sebagai keong gondang, siput sawah, siput air, atau tutut. Gambar Keong sawah (*Pila ampullacea*) ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. *Pila ampullacea*

Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa keong sawah memiliki warna cangkang hijau pekat dan memiliki garis yang berwarna hitam. Sebagaimana anggota Ampullaridae lainnya, ia memiliki operculum, semacam penutup/pelindung tubuhnya yang lunak ketika menyembunyikan diri di dalam cangkangnya. Keong sawah memiliki bentuk cangkang yang lebih membulat.

Klasifikasi ilmiah keong sawah adalah :

Kerajaan	: Animalia
Filum	: Mollusca
Kelas	: Gastropoda
Ordo	: Ampullarioidea
Famili	: Ampullariidae
Genus	: <i>Pila</i>
Spesies	: <i>Pila ampullacea</i>

Pada awalnya keong ini dipelihara di tambak-tambak ikan petani, tetapi menjadi pesat perkembangannya sehingga memasuki sawah pertanian. Di sawah pertanian, keong ini merusak tanaman padi yang masih muda (Sunarjo, 2006).

Masuknya keong ke Indonesia awalnya dibudidayakan untuk dikonsumsi. Kemudian keong tersebut lepas dari kolam-kolam pemeliharaan dan masuk areal persawahan dan ditunjang pemeliharaan keong yang sangat mudah dan cepat berkembang biak. Selain berkembang di saluran irigasi dan terbawa aliran air masuk ke sawah, peranan manusia secara sengaja juga mempengaruhi penyebaran keong ini di sawah (Susanto, 2006).

Keong sawah yang dewasa berukuran panjang 22-26 mm dan berat 10-20 gram per ekornya. Siklus hidup dan lama waktu dari telur sampai telur kembali hanya membutuhkan waktu sekitar tiga bulan. Siklus hidup keong sawah lebih pendek dari siklus hidup bekicot (enam atau tujuh bulan). Susunan telurnya bergerombol, bertumpukan, berwarna merah jambu dan menempel pada kayu, tepi pematang, atau tepi kolam. Ukuran kelompok telur ini panjang 6 cm, lebar 2 cm, dan tebal 1 cm. Tetapi ukuran ini dapat lebih atau kurang, tergantung pada ukuran tubuh induk betina (Sunarjo, 2006). Oleh karena itu, akibat dari perkembangbiakan keong sawah ini menjadi potensi sebagai hama di persawahan petani.

### **C. Cangkang keong sawah ( *Pila ampullacea* )**

Keong termasuk ke dalam kelas Gastropoda. Morfologi gastropoda terwujud dalam morfologi cangkangnya. Menurut Berry dalam Dewiyanti (2004), hewan kelas Gastropoda umumnya bercangkang tunggal membentuk spiral. Sebagian besar cangkangnya terbuat dari bahan kalsium karbonat yang bagian luarnya dilapisi periostrakum dan zat tanduk (Bengen, 2000). Lapisan cangkang gastropoda terdiri dari empat lapisan, yaitu periostrakum, prismatic, lamella dan nakreas.

Periostrakum, merupakan lapisan terluar, tipis, gelap dan tersusun atas zat tanduk. Prismatic, merupakan lapisan tengah yang tebal, tersusun atas kristal-kristal  $\text{CaCO}_3$  berbentuk prisma. Nakreas, merupakan lapisan terdalam yang disebut juga lapisan mutiara, tersusun atas kristal  $\text{CaCO}_3$  yang halus dan berbeda dengan kristal-kristal pada lapisan prismatic.

Keong sawah (*Pila ampullacea*) adalah sejenis siput air tawar. Cangkang siput tersusun atas kalsium karbonat (Dharma, 1988), sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai sumber mineral kalsium (Ca). Kandungan Ca cangkang siput sekitar 34-35% dalam bahan kering (Khalil, 2003).

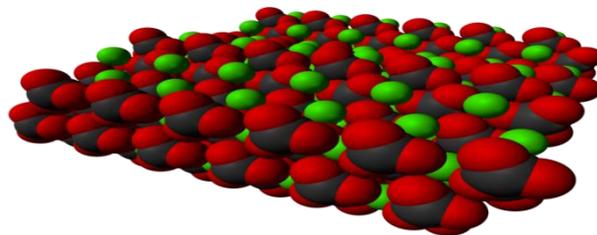
#### **D. Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )**

Kalsium karbonat adalah senyawa kimia dengan rumus kimia  $\text{CaCO}_3$  yang merupakan salah satu mineral yang keberadaannya berlimpah di permukaan bumi dan ditemukan hampir di seluruh dunia dalam segala bentuk. Kalsium karbonat merupakan komponen utama dari cangkang organisme laut, siput, mutiara, dan kulit telur.

##### **1. Sifat Fisik dan Kimia Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )**

$\text{CaCO}_3$  adalah senyawa kimia berwarna putih yang paling umum dari mineral nonsilikat.  $\text{CaCO}_3$  terdapat di alam dalam bentuk *limestone* dan kapur.  $\text{CaCO}_3$  terdapat dalam tiga bentuk kristal, *calcite*, *aragonite*, dan *vaterite*.  $\text{CaCO}_3$  tidak larut dalam air tetapi sedikit larut dalam air yang mengandung  $\text{CO}_2$  terlarut yang bergabung membentuk bikarbonat  $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$  seperti reaksi pada *limestone* (yang sebagian besar tersusun dari *calcite*) yang menyebabkan terbentuknya stalaktit dan stalagmit pada gua (Bahanan, 2010).

Struktur dasar yang umum dalam mineral karbonat adalah grup  $\text{CO}_3$ . 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. Kalsium karbonat memiliki struktur kristal dan struktur kimia yang diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur Kristal kalsium karbonat(Crystalmaker)

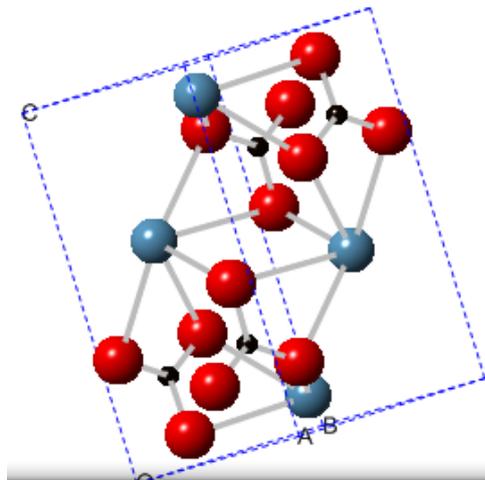
Berdasarkan Gambar 3 terlihat bahwa  $\text{CaCO}_3$  terdiri dari satu atom Ca (hijau) yang berikatan dengan satu atom C (hitam) yang mengikat tiga atom O (merah) dimana atomnya tersusun secara berulang dan susunannya teratur. Secara spesifik, mineral kalsium karbonat mempunyai karakteristik rumus molekul  $\text{CaCO}_3$  dengan 40,04% kalsium, 12,00% karbon, 47,96% oksigen dan 56,03% CaO dan 43,97%  $\text{CO}_2$  dengan berat molekul 100,09 gr/mol, massa jenis 2,8 gr/cm<sup>3</sup>, dan titik lebur 825°C (*The scientific and collector communities*, 1974).

## 2. Struktur dan Sistem Kalsium Karbonat

Kalsium karbonat yang terdapat di alam ada 3 bentuk yaitu kalsit, aragonit, dan vaterit. Kalsit adalah sebuah mineral karbonat dan polimorf kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) paling stabil. Dua polimorf umum  $\text{CaCO}_3$  adalah aragonit (ortorombik) dan kalsit (trigonal) (S.Meejo, 2004).

a. Aragonit

Aragonit merupakan mineral  $\text{CaCO}_3$  yang kurang stabil. Aragonit biasanya dimanfaatkan sebagai filler pengisi kertas. Aragonite memiliki struktur kristal orthorombik dengan grup ruang pmcn dan parameter sel  $a = 4.95 \text{ \AA}$ ,  $b = 7.96 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.74 \text{ \AA}$  (Redfern, 2000). Struktur kristal aragonit ditampilkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur kristal aragonit (Crystalmaker)

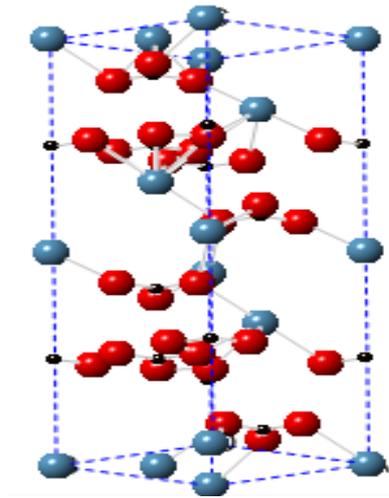
Berdasarkan Gambar 4 dapat dilihat bahwa mineral aragonit tersusun atas tiga buah atom yaitu terdiri dari satu atom C (hitam), Ca (biru) dan atom O (merah). Mineral aragonit berstruktur orthorombik, dimana sistem kristal ini mempunyai tiga buah sumbu yang tidak sama panjangnya dan saling tegak lurus.

Koeksistensi fasa aragonit dan kalsit pada cangkang keong untuk sampel yang tidak dipanaskan dan yang dipanaskan lebih rendah dari  $500^\circ\text{C}$ . Transformasi dari aragonit ke kalsit berakhir pada suhu  $500^\circ\text{C}$  (S.Meejo, 2004). Aragonit akan berubah menjadi kalsit pada suhu  $380\text{-}470^\circ\text{C}$  (Yoshioka, 1985).

b. Kalsit

Kalsit merupakan fasa mineral  $\text{CaCO}_3$  yang paling stabil. Kalsit bersifat mudah melekat, sehingga banyak diaplikasikan sebagai bahan pembuat cat

dibidang industri. Secara spesifik, sistem kristal calsite adalah heksagonal dengan grup ruang  $R\bar{3}c$  dan parameter sel  $a=4.9896(2) \text{ \AA}$ ,  $c=17.061(11) \text{ \AA}$  (Redfern, 2000). Struktur kristal kalsit ditampilkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Struktur kristal kalsit (Crystalmaker)

Berdasarkan Gambar 5 dapat dilihat bahwa mineral kalsit tersusun atas tiga buah atom yaitu terdiri dari satu atom C (hitam), Ca (biru) dan atom O (merah). Kalsit memiliki sistem kristal hexagonal, dimana sumbu c tegak lurus terhadap sumbu lainnya. Sumbu a dan b masing-masing membentuk sudut  $120^\circ$  terhadap satu sama lain. Sumbu a dan b memiliki panjang sama. Sedangkan panjang c berbeda, dapat lebih panjang atau lebih pendek.

### 3. Peran Kalsium Karbonat dalam Industri

Kalsium karbonat berpotensi sebagai bahan yang banyak digunakan dalam bidang industri diantaranya, industri pulp dan kertas, industri ban mobil dan motor, industri cat, industri pembuatan pipa PVC dan industri pasta gigi.  $\text{CaCO}_3$  secara luas digunakan sebagai pengisi (*filler*) dalam komposit plastik dan karet.

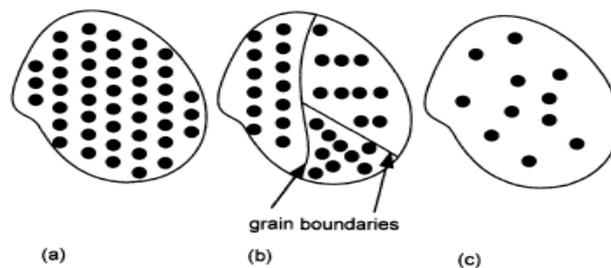
Pada bidang industri,  $\text{CaCO}_3$  digunakan sebagai *modifier* dan sebagai bahan pelapis (*coating*) dalam pembuatan kertas. Selain itu kalsium karbonat juga dapat dimanfaatkan sebagai biomaterial pada sintesis hidroksiapatit.

$\text{CaCO}_3$  memiliki banyak keunggulan, seperti warnanya yang sangat putih, harga terjangkau, dan ukuran partikelnya dapat diatur (Bahanan, 2010).  $\text{CaCO}_3$  termasuk zat padat kristalin dengan kelarutan rendah.

## E. Kristalografi

### 1. Kristal

Kita dapat mengklasifikasikan padatan ke dalam tiga kategori umum yaitu kristal tunggal, polikristal dan amorf. Skema sederhana yang mewakili tiga kategori ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Ilustrasi perbedaan antara ( a ) kristal tunggal , ( b ) polikristalin. dan ( c ) amorf bahan (Suryanarayana, 1998)

Berdasarkan Gambar 6 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-kristal tunggal yang memiliki ukuran

sangat kecil yang dipisahkan oleh batas butir. Batas butir dalam bahan polikristalin dapat memiliki bentuk dan ukuran yang berbeda.

Dalam bahan amorf, seperti kaca dan banyak polimer, atom tidak tersusun secara periodik. Amorf adalah kata Yunani yang berarti “tanpa bentuk yang pasti”. Bahan amorf memiliki jarak pendek. Susunannya hanya sampai ke beberapa tetangga terdekat (Suryanarayana, 1998).

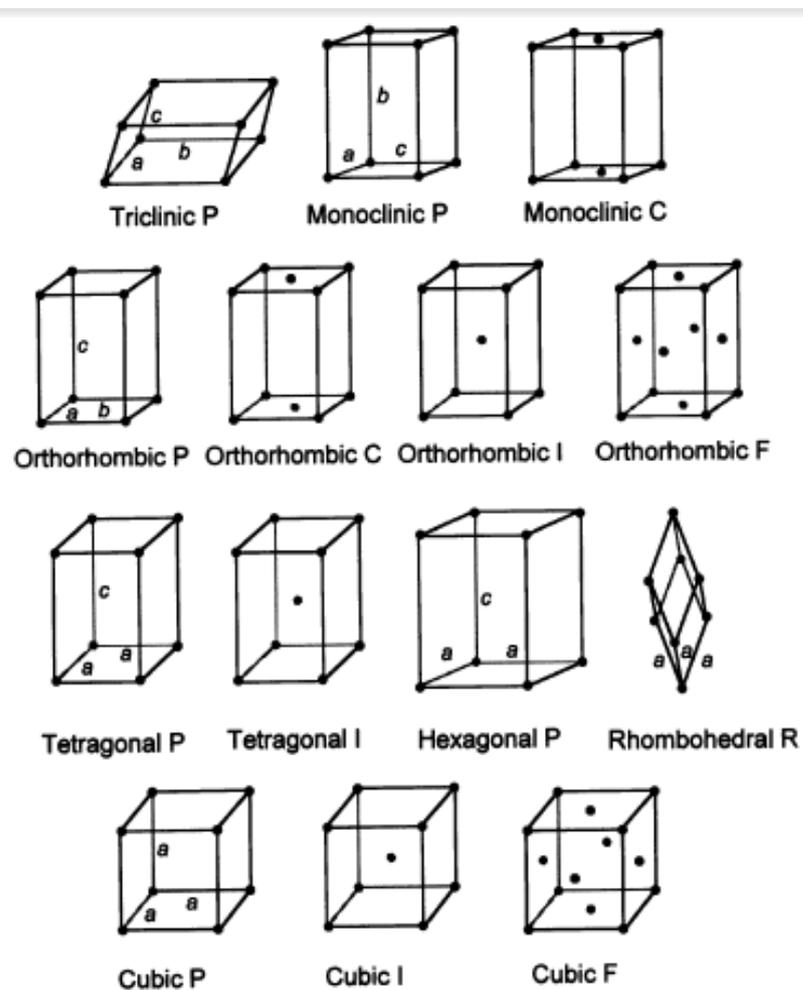
## **2. Struktur atau Sistem Kristal**

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 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.

Berdasarkan parameter kisi, maka berbagai sel satuan dapat digolongkan dalam tujuh sistem kristal dan 14 sistem Bravais seperti yang ditampilkan pada Gambar 7 dan Tabel 1.



Gambar 7. Empat belas kisi Bravais ( Suryanarayana, 1998 )

Tabel 1. Tujuh sistem kristal (Cullity, 1956)

No	Sistem Kristal	Parameter Kisi	Kisi Bravais	Simbol
1	Kubik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat badan Pusat muka	P I F
2	Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat Badan	P I
3	Orthorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat Dasar Pusat Badan Pusat Muka	P C I F
4	Trigonal/Rhombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simpel	P
5	Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simpel	P
6	Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	Simpel Pusat Dasar	P C
7	Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	Simpel	P

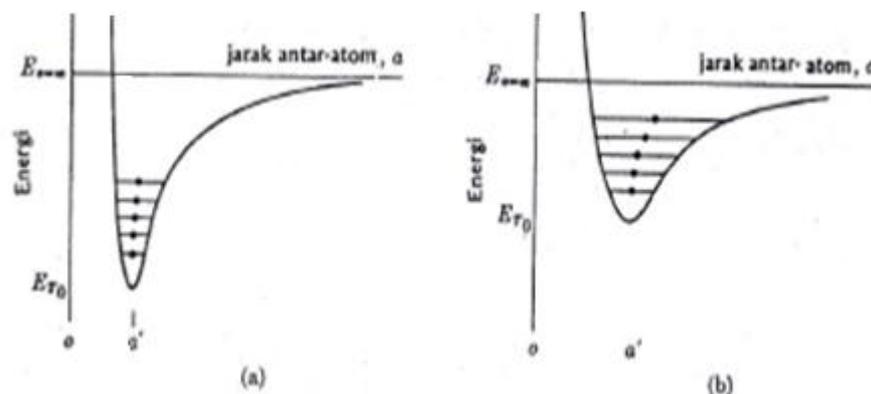
Kisi bravais untuk masing-masing sistem kristal ini ditentukan atas posisi atom unit selnya. Seperti kisi bravais sistem kristal simpel kubus memiliki posisi atom yang hanya terdapat pada pojok-pojok unit selnya saja. Struktur kristal terbentuk dari ikatan atom-atom penyusun kristal dan orientasi bidang kristal (Abdullah, 2009).

#### F. Pengaruh Temperatur Kalsinasi

Proses kalsinasi didefinisikan sebagai pengerjaan sampel pada temperatur tinggi tetapi masih dibawah titik leleh tanpa disertai penambahan reagen dengan maksud untuk mengubah bentuk senyawa dalam konsentrat (Febriana, 2011). Temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap perubahan struktur dari material, perubahan fasa, serta ukuran butir kristal.

## 1. Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Kristal dan Fasa

Temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap fasa suatu zat, dimana fasa adalah bagian dalam suatu material yang berbeda dengan bagian-bagian lainnya dalam hal struktur atau komposisi (Van Vlack, 2004). Berubahnya fasa dan struktur dari material akibat temperatur disebabkan karena ketika suatu material dipanaskan maka akan terjadi peningkatan energi memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar (Zeffry, 2015). Peningkatan fraksi aragonit terhadap kenaikan temperatur dapat dijelaskan dari keadaan struktur kristalnya. Ketika disintesis pada temperatur tinggi, ion  $\text{Ca}^{+2}$  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 meningkatnya temperatur (Riyanto,dkk). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8 Energi dan pemuaian, a. Bahan padat dengan ikatan kuat dan b. Bahan padat dengan ikatan lemah (Van Vlack, 2004)

Pada Gambar 8 memperlihatkan bagaimana pengaruh jarak antar atom terhadap energi, semakin jauh jarak antar atom maka energi yang dihasilkan juga

semakin besar. Berubahnya jarak antar atom maka akan mempengaruhi struktur dari material. Pada 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 (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 pada suatu saat tertentu. 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 nilai 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 dan besarnya sama dengan 1.987 kal/mol K. satuan SI. nilainya untuk satuan (dan 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

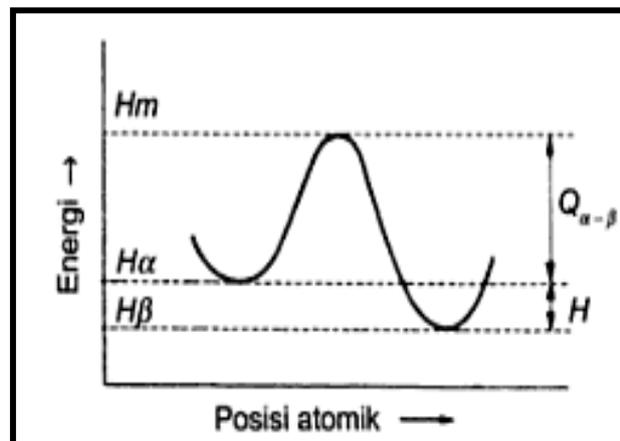
$$E_k = 3/2 kT \quad (2)$$

Pada saat tertentu, beberapa molekul mempunyai energi 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).

Perubahan fasa dalam keadaan padat mencakup distribusi ulang atom dalam padatan tersebut dan kinetika perubahan bergantung pada laju migrasi atom. Transportasi atom melalui kristal lebih dikenal dengan istilah difusi. Kekosongan akan mempermudah terjadinya difusi, karena pada dasarnya difusi merupakan pergerakan atom menuju lokasi atom kosong yang dekat (Zeffry,2015).

Atom-atom yang berdifusi dapat berpindah dari suatu lokasi kisi-fasa  $\alpha$  ke kisi fasa  $\beta$ . Perpindahan atom-atom ini dapat terjadi, apa bila atom tersebut memiliki energi untuk melewati hambatan potensial seperti yang ditampilkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Hambatan energi yang memisahkan keadaan struktural (Smallman, 2000)

Hambatan potensial yang harus dilalui atom ini diakibatkan oleh gaya interatomik yang bergerak, kelompok atom yang berada didekatnya, dan atom yang berada di lokasi baru. Pada Gambar 9 dapat diketahui bahwa untuk melewati hambatan potensial maka atom harus memiliki energi lebih besar dari energi  $Q_{\alpha-\beta} = H_m - H_\alpha$  untuk pemanasan. Jika ini terpenuhi maka atom meninggalkan matriks

(struktur lama) dan membentuk nukleus fasa baru yang kecil. Fasa baru kecil ini kemudian tumbuh dan terbentuk fasa baru secara keseluruhan. Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000).

## 2. Pengaruh Temperatur Terhadap Ukuran Butir Kristal

Selain temperatur berpengaruh terhadap perubahan fasa, temperatur juga berpengaruh terhadap ukuran butir. Akibat meningkatnya temperatur maka difusi atom juga semakin meningkat, sehingga meningkat pula pembentukan nukleus-nukleus fasa baru yang sama. Antara nukleus-nukleus ini terdapat batas butir yang memisahkannya serta dipisahkan dengan pori-pori. Temperatur yang dinaikkan secara terus menerus, menyebabkan terjadi pengecilan/penghilangan pori-pori tersebut. Apabila pori-pori sangat mengecil maka mereka tidak mampu lagi mengunci batas butir terhadap pengaruh gaya pertumbuhan butir (Smallman, 2000).

Untuk melihat ukuran butir kristal dapat menggunakan pola difraksi sinar X. Perhitungan ukuran butir kristal menggunakan Persamaan Scherrer.

$$t = \frac{0,9 \times \lambda}{B \times \cos \theta} \quad (3)$$

Keterangan:

t : Ukuran butir  $\lambda$ : panjang gelombang

$\theta$  : sudut difraksi

B : lebar puncak (rad)(Cullity, 1956)

## **G. X – Ray Diffraction ( XRD)**

### **1. Sinar X**

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

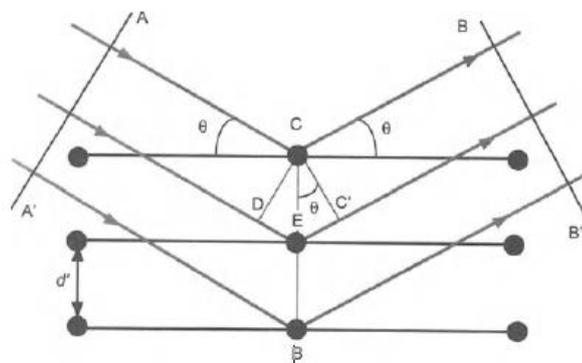
Sinar-X yang diperoleh memberikan intensitas puncak tertentu yang bergantung pada kebolehjadian transisi elektron yang terjadi. Transisi  $K\alpha$  lebih mungkin terjadi dan memiliki intensitas yang lebih tinggi daripada transisi  $K\beta$ , sehingga radiasi  $K\alpha$  yang digunakan untuk keperluan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

### **2. Difraksi Sinar X**

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak  $d$  (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Difraksi sinar X oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena yaitu hamburan oleh tiap atom. Interferensi gelombang-gelombang oleh tiap atom-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 fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama (Zeffry,2015).

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. Difraksi atom-atom kristal sebagai pantulan sinar-X oleh sekelompok bidang-bidang paralel dalam kristal seperti terlihat pada Gambar 10. Arah difraksi sangat ditentukan oleh geometri kisi, yang bergantung pada orientasi dan jarak antar bidang kristal.



Gambar 10. Difraksi Sinar X oleh kristal (Suryanarayana, 1998)

Gambar 10 menunjukkan seberkas sinar A mengenai atom C pada bidang pertama dan atom E pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang C dengan bidang E adalah  $d$ . Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang  $\lambda$ , dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak  $d$  dan sudut  $\theta$ . Interferensi konstruktif terjadi jika selisih lintasan antara dua sinar yang berurutan merupakan kelipatan panjang gelombangnya ( $\lambda$ ) sehingga dapat dinyatakan pada persamaan matematis hukum Bragg sebagai berikut:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (4)$$

$n$  adalah bilangan bulat,  $d$  merupakan jarak antar bidang,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang kristal dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X. Berdasarkan persamaan matematis hukum Bragg tersebut, syarat terjadinya peristiwa difraksi adalah  $\lambda < 2d$  (Omar,1975). 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:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (5)$$

Dengan menerapkan hukum Bragg dari Persamaan (4) dan mensubstitusikan ke Persamaan (5), sehingga diperoleh persamaan:

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

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (7)$$

Di sini  $a$ ,  $b$ , dan  $c$  adalah parameter kisi dan  $h k l$  adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Dari Persamaan (7), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi  $a = b = c$ , dapat digunakan persamaan :

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

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

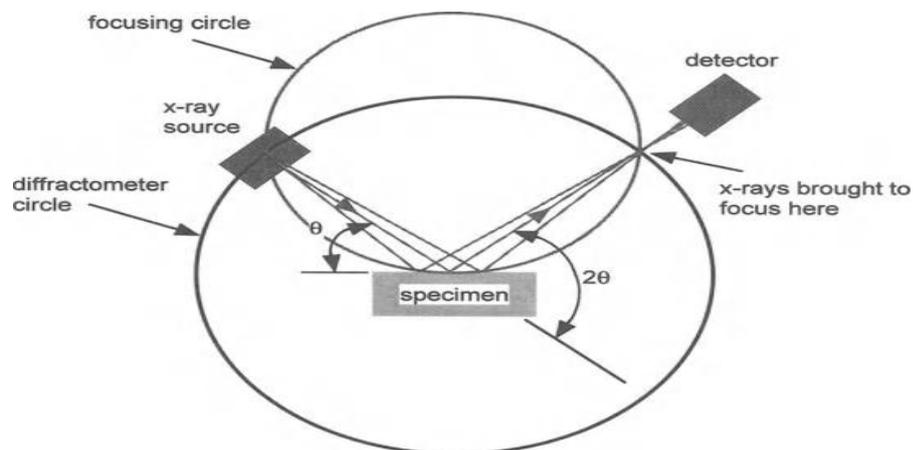
Struktur kristal ditentukan dengan difraksi sinar-X. Jarak interplanar dapat dihitung hingga empat atau lebih angka signifikan dengan mengukur sudut difraksi. Ini merupakan dasar untuk menentukan jarak inter atomik dan menghitung jari-jari (Van Vlack, 2004). Penentuan orientasi kristal dilakukan dengan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

### 3. Cara Kerja XRD

*X-Ray Diffractometer* digunakan untuk menentukan karakteristik ditinjau dari fasa, struktur dan ukuran butir kalsium karbonat yang terkandung dalam cangkang keong. Sebelum sampel dikarakterisasi dengan XRD, sampel terlebih dahulu dipreparasi.

Tiga komponen dasar pada *X-ray diffractometer* yaitu sinar-x, tempat sampel dan detektor yang terletak pada suatu lingkaran yang sejajar dengan lingkaran fokus. Secara umum *x-ray diffraction* memiliki prinsip kerja sebagai

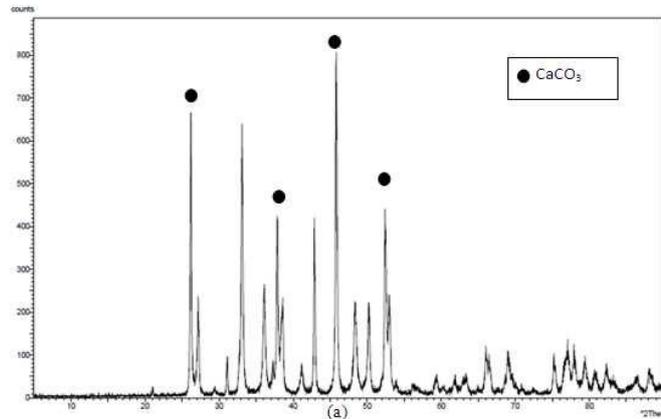
berikut : XRD terdiri dari tiga bagian utama yaitu tabung sinar-x, tempat objek, dan detektor sinar-x. Prinsip kerja ini ditampilkan pada Gambar 11.



Gambar 11. Skema kerja XRD (Suryanarayan, 1998)

Pada Gambar 11 menampilkan prinsip kerja XRD. Sinar-x yang dihasilkan dari tabung sinar-x yang berisi katoda memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan electron akan menembaki objek. Elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar-x. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-x.

Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-x dan mengolahnya dalam bentuk grafik yang dinamakan difraktogram. Difraktogram menyatakan hubungan antara intensitas dengan sudut difraksi ( $2\theta$ ) yang diperlihatkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Hasil pengukuran berupa difraktogram.

Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai  $2\theta$  tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut.

Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Warren dalam Jamaludin, 2010).

#### 4. *PANalytical X'Pert HighScore dan X'pert Highscore Plus*

*X'pert Highscore* dan *X'pert Highscore Plus* merupakan perangkat lunak berbayar yang menggabungkan teknologi terbaru dan algoritma untuk analisis data XRD. *X'pert Highscore* merupakan program identifikasi fasa yang lengkap untuk data difraksi serbuk, dimana *X'pert Highscore* memiliki fungsi tambahan yaitu ketepatan data, *Rietveld*, kristalografi, dan analisis gugus dalam jumlah yang besar. Semua fungsi ini digabungkan secara khusus untuk analisis material seperti identifikasi campuran fasa, melakukan analisis kuantitatif standar

menggunakan *Rietveld*, atau analisis kandungan dalam jumlah besar dalam waktu yang bersamaan.

a. Identifikasi Fasa

Identifikasi komponen kristal atau fasa pada sampel merupakan aplikasi utama dari XRD. *X'pert Highscore* dan *X'pert Highscore Plus*, keduanya menghubungkan antara kemampuan analisis algoritma yang menggabungkan puncak dan bentuk data serta data lain yang menjadi input.

b. Analisis Kristalografi

Analisis kristalografi menggabungkan dua tugas dasar yaitu:

- 1) Pencarian unit sel
- 2) Perubahan unit sel (parameter kisi)

*X'pert Highscore* dan *X'pert Highscore Plus* berisikan perangkat-perangkat yang digunakan untuk analisis XRD, yaitu koefisien absorpsi massa, perhitungan Bragg, tabel periodik, pemeriksaan simetri, dan perhitungan Scherrer.

## H. X – Ray Fluorescence ( XRF )

X – Ray Fluorescence (XRF) merupakan teknik analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada sampel padat, bubuk ataupun cair. Analisa dengan XRF akan diperoleh analisis unsur penyusun dari sampel. Secara umum, XRF spektrometer mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi fluoresensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi sinar-X (Solovyov,2009).

XRF merupakan salah satu metode analisis yang tidak merusak sampel, dapat digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitas dan kuantitas.

Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya, sedangkan analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar.

### **1. Prinsip Kerja XRF**

Prinsip pengukuran XRF berdasarkan terjadinya proses eksitasi elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom suatu unsur tersebut dikenai sinar-X, kekosongan elektron tersebut akan diisi oleh elektron bagian luar dengan melepaskan energi yang spesifik untuk setiap unsur (Saksono, 2002). Elektron dari kulit yang lebih tinggi akan mengisi kekosongan tersebut. Perbedaan energi dari dua kulit itu muncul sebagai sinar-X yang dipancarkan oleh atom. Spektrum sinar-X selama proses tersebut menunjukkan puncak yang karakteristik, dimana setiap unsur akan menunjukkan puncak karakteristik yang merupakan landasan dari uji kualitatif untuk unsur-unsur yang ada.

Hasil XRF berupa spektrum hubungan energi eksitasi dan intensitas sinar-X. Energi aktivasi menunjukkan unsur penyusun sampel dan intensitas menunjukkan nilai kuantitas dari unsur tersebut. Semakin tinggi intensitasnya maka semakin tinggi pula persentase unsur tersebut dalam sampel (Jamaluddin, 2007). Metode XRF akan memberikan nilai intensitas secara total dari unsur tertentu dalam semua bentuk senyawa (Saksono, 2002).

Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak hanya

oleh sinar-X tetapi juga eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Viklund, 2008).

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. 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 (Viklund,2008).

## BAB V

### PENUTUP

#### A. Kesimpulan

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

1. Kadar kandungan kalsium cangkang keong sawah yang terdapat di Kecamatan Simpang Alahan Mati Kabupaten Pasaman yaitu 93,438 %.
2. Temperatur kalsinasi pada cangkang keong sawah yang terdapat di kecamatan Simpang Alahan Mati mempengaruhi fasa kalsium karbonat yang terbentuk. Sebelum diberikan temperatur kalsinasi fasa yang muncul adalah fasa aragonit. Pada temperatur kalsinasi 380°C, 410°C, 440°C ada dua fasa yang muncul yaitu aragonit dan kalsit. Namun pada temperatur 470°C dan 500°C fasa yang muncul hanyalah fasa kalsit, karena aragonit sudah bertransformasi ke kalsit pada temperatur tersebut.
3. Temperatur kalsinasi mempengaruhi perubahan struktur kalsium karbonat yang terkandung pada cangkang keong sawah tersebut. Perubahan struktur yang terjadi yaitu dari struktur Orthorombik dengan unit sel  $a=4,9590 \text{ \AA}$ ,  $b=7,9680 \text{ \AA}$  dan  $c=5,7410$  ke struktur Hexagonal dengan unit sel  $a=b=4,9896 \text{ \AA}$  dan  $c=17,0610 \text{ \AA}$ .
4. Temperatur kalsinasi mempengaruhi ukuran butir kalsium karbonat yang terkandung pada cangkang keong sawah tersebut. Meningkatnya temperatur kalsinasi mengakibatkan ukuran butir aragonit bertambah besar. Pada temperatur 380°C ukuran butir fasa aragonit bertambah menjadi 106,302.

Pada sampel 410°C fasa kalsit mengalami penambahan ukuran butir dari 118,983 nm menjadi 139,883 nm. Akan tetapi pada suhu 440°C fasa kalsit mengalami penurunan ukuran butir menjadi 137,067 nm, dan ukuran butirnya kembali meningkat pada suhu 470°C menjadi 140,047 nm. Pada suhu 500°C fasa kalsit kembali mengalami penurunan ukuran butir yang drastis menjadi 63,5332 nm.

## **B. Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan tidak terlihat adanya fasa vaterit, maka dapat disarankan untuk melakukan penelitian dengan temperatur yang lebih tinggi ataupun lebih rendah untuk melihat apakah ada keberadaan fasa vaterit pada cangkang keong sawah.

### Daftar Pustaka

- Abdullah, Mikrajuddin. 2009. *Pengantar Nanosains*. Bandung. ITB Bandung.
- Alexandeer. 1985. *Material Science and Engineering*. New York : John Willey and Sons.
- Badan Pusat Statistik Pasaman (BPS) Kabupaten Pasaman. 2014. *Simpang Alahan Mati Dalam Angka*. <http://pasamankab.bps.go.id/> diakses pada tanggal 19 April 2015.
- Bahanan, Ridho.2010. *Pengaruh Waktu Sonokimia Terhadap Ukuran Kristal Kalsium Karbonat (CaCO<sub>3</sub>)*. Skripsi Fakultas Sains dan teknologi UIN Syarif Hidayatullah: Jakarta.
- Beiser Arthur. 1987. *Konsep Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Bengen,Dietriech G,2000.*Sinopsis Ekosistem dan Sumberdaya Alam Pesisir.Pusat KajianSumberdaya Pesisir dan Lautan*.Bogor : IPB.
- Cullity. 1956. *Element of X-Ray Diffraction*. Adison-Wesley Pub,Co.Inc. Massachusetts.
- Dewiyanti, I. 2004. *Struktur Komunitas Moluska (Gastropoa dan Bivalvia) Serta Asosiasinya pada Ekosistem Mangrove di Kawasan Pantai Ulee – Lheue Banda Aceh NAD*. Skripsi. Program Studi Ilmu Kelautan Departemen Ilmu dan Teknologi Kelautan, Fakultas Perikanan dan Kelautan. IPB. Bogor.
- Dharma, B.(1988). *Siput dan Kerang Indonesia*. PT. SaranaGraha, Jakarta.
- Febriana, Eni. 2011. *Kalsinasi dolomit lamongan untuk pembuatan kalsium-magnesium oksida, sebagai bahan baku kalsium dan magnesum karbonatpresipitat*. Tesis Fakultas Teknik. Jakarta : UI.
- Ghufron, M., M. A. Baqiya, Mashuri, Triwikantoro, and Darminto. 2011. *Phase Transition Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites By Sintering Process*. Jurnal sains material indonesia. ISSN: 1411-1098.
- Harahap, I.S., dan Tjahjono,2003. *Pengendalian Hama dan Penyakit Tumbuhan*. Penebar Swadaya. Bogor.
- Han, Y.S., Hadiko, G., Fuji, M., Takahashi, M., (2005). *Effect of Flow Rate and CO<sub>2</sub> Content on the Phase and Morphology of CaCO<sub>3</sub> Prepared by Bubbling Method*.Journal of Crystal Growth276, 541–548.
- Istiyono, Edi. 2000. *Fisika Zat Padat*. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.

- Jamaluddin, A. 2007. *Penggunaan Sinar-X Untuk Analisa Sampel*.  
[http://anifjamaluddin.blogspot.com/Penggunaan Sinar-X untuk analisis sampel.html](http://anifjamaluddin.blogspot.com/Penggunaan_Sinar-X_untuk_analisis_sampel.html)
- Jamaludin K. 2010. *X-RD (X-Ray Diffractions). Makalah Fisika Material*.  
 Fakultas Keguruan dan ilmu pendidikan, Universitas Halueoleo:Kendari.
- Khalil. 2003. *Analisa rendemen dan kandungan mineral cangkang pensidan siput dari berbagai habitat air tawar di Sumatera Barat*. J. Peternakandan Lingkungan. 09(3): 35-41.Erlangga.
- Nursanti. 2006. *Buku Panduan Teknologi Pangan*.Pusat Informasi Wanita dalam Pembangunan PDII\_LIPI.
- Omar, M.A. 1975. *Elementary Solid State Physics Prinsiples and aplication*.  
 London: Addison-Wesley Publishing Company
- Pitojo, S. 1996. *Petunjuk Pengendalian dan Pemantauan Keong Mas*.Trubus Agriwidya, Jakarta.
- Prah, J., Macek, J., Drazic, G., (2011). *Precipitation of Calcium Carbonate from a Calcium Acetate and Ammonium Carbamate Batch System*. Journal of Crystal Growth 324, 229 –234.
- Pratapa, Seminar. 2004. *Prinsip-Prinsip Difraksi Sinar-X* , makalah seminar XRD di sampaikan di Padang.
- Redfern, Simon A T.2000. *Structural Variation in Carbonates*. Departement of Earth Science, University of Cambridge Downing Street. United Kingdom.
- Riyanto, Agus, dkk. *Pengaruh Temperatur dan Pemecah Gelembung Gas pada Sintesis Serbuk CaCO<sub>3</sub>dengan Bahan BakuBatu Kapur*. Fisika FMIPA. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- S. Meejo, et all. 2004. *Electron Spin Resonance Studies of Mn<sup>2+</sup> in Freshwater Snail Shells : S.Ingalsiana, P.Ampullacea, P.Canaliculata Lamarck and Fossilized Snail Shell*. International Journal of Modern Physiscs B. World Scientific Publishing Company.
- Saksono, N. 2002. *Analisis Iodat dalam Bumbu Dapur Metode Iodometri dan X-Ray Flouresence*. Depok: Universitas Indonesia. Volume 6 No.3
- Smallman R.E. R.J.Bishop. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Jakarta : Erlangga.
- Solovyov, Leorid.2009. *X-Ray Flouresence*. PANalytical B.V.
- Sugeng, H. R. 2001. *Bercocok Tanam Padi*. Aneka Ilmu. Semarang.

- Sunarjo dan Susanto. (2006) *Hewan sawah dan Keragamannya*. Institut Pertanian Bogor.
- Suryanarayana C., Norton M.G.1998.*X-Ray Diffraction*. Plenum Press: New York.
- Tarigan, S. J. BR. 2008. *Pemanfaatan Tepung Keong Mas Sebagai Substitusi Tepung Ikan Dalam Ransum Terhadap Performans Kelinci Jantan Lepas Sapih*. Skripsi. Departemen Peternakan. Universitas Sumatra Utara.Medan.
- Van Vlack, Lawrence H. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan*. Jakarta: Erlangga.
- Van Vlack, Lawrence H. 2004. *Elemen-elemen ilmu dan rekayasa material*. Edisi keenam. Jakarta : Erlangga.
- Viklund, A. 2008. *Teknik Pemeriksaan Material Menggunakan XRF, XRD, dan SEM-EDS*.
- Winata,Bayu Candra.2012. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Sawah(Pila Ampullacea)*.Institut Pertanian Bogor.
- Yoshioka, Sayoko.1985. *Transformation of Aragonite to Calcite Through Heating*. Departement of Earth Sciences, Aichi University of Education, Kariya and Water Research Institute, Nagoya University, Nagoya.Japan.
- Zeffry, Robby.2015.*PengaruhTemperaturKalsinasiTerhadap Sifat FisisTembagaOksida Dari Daerah Pinti Kayu Kec. Koto Parik Gadang DiatehKabupatenSolok Selatan*.Skripsi.FMIPA. Universitas Negeri Padang.
- Zeshan Hu, Minghao Shao, et all. 2009. *Synthesis of Needle-Like Aragonite from Limestone in the Presence of Magnesium Chloride*. Journal of Materials Processing Technology, Vol. 209, No. 3.