
Indonesian Physical Review

Volume 5 Issue 3, Mei 2023

P-ISSN: 2615-1278, E-ISSN: 2614-7904

IDENTIFIKASI KARAKTERISTIK SERBUK KALSIMUM KARBONAT (CaCO_3) DARI CANGKANG KERANG MUTIARA (*Pinctada maxima*)

Laili Izzati*, Susi Rahayu², Dian Wijaya Kurniawii³ (book Antiqua 11)

¹ Physics department, Faculty Mathematics and Natural Science University of Mataram, Indonesia
(book Antiqua 10)

² Faculty of Science, National Taiwan University, Taiwan

³ Tallinn Science School, Tallinn University of Technology, Estonia.

Corresponding Authors E-mail: wayan.sudiarta@unram.ac.id, lilyangraini@unram.ac.id

Article Info

Article info:

Received: 16-04-2022

Revised: 07-05-2022

Accepted: 12-05-2022

Keywords:

Rendemen, Fasa Kalsit,
Kristalinitas, Ukuran
partikel

How To Cite:

I. W. Sudiarta, L. M.
Angraini, and N.
Anggarani, "Comparison of
Infrared and Optocoupler
Sensors performance for Lab-
Scale RPM Measurement
System", Indonesian
Physical Review, vol. 5, no.
2, p 130-136, 2022.

DOI:

Abstract

Cangkang kerang merupakan biota perairan yang mengandung kalsium karbonat (CaCO_3). Pada penelitian ini menggunakan limbah cangkang kerang Mutiara (*Pinctada maxima*) sebagai bahan baku untuk sintesis senyawa CaCO_3 . Tujuan penelitian ini untuk mengidentifikasi karakteristik kandungan serbuk cangkang kerang Mutiara serta karakteristik serbuk CaCO_3 hasil sintesis menggunakan metode presipitasi. Metode presipitasi adalah reaksi antara asam-basa yang menghasilkan padatan kristal setelah proses pengeringan. Larutan CaCl_2 dicampurkan dengan larutan Na_2CO_3 untuk mendapatkan endapan CaCO_3 . Hasil penelitian ini menunjukkan kandungan CaCO_3 dari cangkang *P. maxima* diperoleh dari uji titrasi asam-basa yaitu sebesar 89,39 % kemudian serbuk dikarakterisasi menggunakan pengujian XRF, FTIR, dan XRD. Hasil uji XRF diperoleh unsur kimia yang paling dominan yaitu kalsium (Ca) dan senyawa oksida (CaO) sebesar 98,44 % dan 98,62 %. Uji FTIR menunjukkan gugus fungsi CaCO_3 yaitu CO_3^{2-} , C–O, dan Ca–O. Hasil uji XRD didapatkan *P. maxima* mengandung senyawa CaCO_3 fasa kristal aragonit (orthorombik) dengan sedikit fasa kalsit (rhombohedral). Serbuk CaCO_3 hasil sintesis mengalami perubahan fasa aragonit menjadi kalsit murni dengan struktur kristal rhombohedral. Nilai kristalinitas didapatkan yaitu sebesar 56,5963% dengan ukuran kristal sebesar 34,865 nm. Uji FTIR diperoleh gugus fungsi ion karbonat fasa kalsit. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan serbuk cangkang kerang dapat dijadikan sebagai bahan baku untuk mendapatkan serbuk CaCO_3 yang bisa diaplikasikan dalam berbagai bidang.

Copyright © 2022 Authors. All rights reserved.

Introduction

Kalsium sangat dibutuhkan oleh tubuh manusia sebagai salah satu sumber nutrisi bagi tubuh. Di alam kalsium kerap ditemukan dalam berbagai senyawa seperti kalsium karbonat (CaCO_3), kalsium sitrat ($\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2$), kalsium laktat ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{CaO}_6$), dan kalsium glukonat ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CaO}_{14}$). CaCO_3 memiliki banyak sekali potensi dan dapat mudah diperoleh dari beberapa sumber alam, seperti batu kapur, cangkang organisme laut, dan cangkang telur. Kerang mutiara memiliki berbagai macam jenis, salah satunya kerang mutiara *Pinctada maxima*. *P.maxima* memiliki kadar CaCO_3 yang tinggi dengan rata-rata sebesar $94,873\% \pm 0,04\%$ (Hamzah, 2015). [1] melaporkan bahwa terdapat kandungan Ca (38,88%), O (50,45%), C (8,12%) di dalam *P. maxima*. Nusa Tenggara Barat merupakan salah satu wilayah potensial untuk perkembangan komoditas cangkang kerang mutiara, sebab terdapat lebih dari 600 kg limbah cangkang kerang per tahun yang dihasilkan khususnya di perairan Lombok (Rahayu, 2018).

Limbah cangkang kerang kerap terbuang sia-sia bahkan tidak dapat terurai oleh mikroba tanah sehingga menumpuk menjadi limbah padat yang dapat merusak lingkungan. Pemanfaatan limbah cangkang sebagai sumber utama mineral CaCO_3 telah banyak dilakukan antara lain; menurut [2] cangkang kerang memiliki berbagai potensi yang banyak digunakan sebagai pigmen pelapis untuk produk kertas kualitas premium, industri cat, karet, *magnetic recording*, industri tekstil, detergen, plastik, dan kosmetik. Disisi lain CaCO_3 dari cangkang kerang dengan kualitas khusus mendapatkan perhatian besar di bidang biomaterial dan biomineralisasi, dikembangkan sebagai biomaterial untuk rekonstruksi tulang misalnya dari biocoral dan eksoskeleton karang alami [3], bidang kosmetik [4], *drug delivery* [5], hingga suplemen nutrisi (Ghamgui, 2007).

CaCO_3 saat ini terus dikembangkan karena memiliki ciri khas yaitu bersifat polimorfi. CaCO_3 bersifat polimorfi artinya mempunyai tiga jenis fasa kristal yaitu kalsit, aragonit, dan vaterit dengan struktur kristal berturut-turut rhombohedral, orthorombik, dan hexagonal. Fasa kristal kalsit adalah kristal yang stabil pada temperatur ruang, sedangkan aragonit dan vaterit adalah kristal yang tidak stabil (metastabil) yang dapat bertransformasi ke dalam fasa stabil (Han *et al*, 2005). Karena kestabilannya itu fasa kristal kalsit memiliki berbagai manfaat yang banyak digunakan dalam bidang industri, namun untuk mendapatkan fasa kristal dengan tingkat kemurniaan yang tinggi perlu adanya perlakuan khusus untuk meningkatkan nilai mutu produk CaCO_3 , dapat dengan mengolahnya menjadi PCC (*precipitate calcium carbonate*). Mengolah CaCO_3 menjadi PCC adalah salah satu solusi terbaik untuk mendapatkan fasa kristal yang diinginkan dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi.

Terdapat beberapa metode untuk mendapatkan CaCO_3 seperti metode presipitasi, kalsinasi, dan *leaching*. Metode kalsinasi hanya memerlukan suhu tinggi dengan waktu tertentu untuk mendapatkan CaCO_3 seperti penelitian (Hariyati, 2019) namun hasil serbuknya berwarna abu gelap sedangkan jika suhu $>700^\circ$ terjadi dekomposisi menjadi senyawa CaO. Metode *leaching* memerlukan aliran gas CO_2 dan kalsinasi suhu tinggi namun sintesis ini hanya dapat dilakukan untuk memisahkan CaCO_3 dan MgO dari batuan dolomit. Metode presipitasi pada sintesis CaCO_3 mempunyai tiga macam perlakuan yaitu metode karbonasi, *solway* dan kaustik soda. Metode presipitasi yang paling sering digunakan yaitu metode karbonasi dengan mengalirkan gas CO_2 seperti penelitian yang

dilakukan oleh [7]. Namun hasil sintesis pada berbagai organisme berbeda-beda dari fasa kristal ditemukan dalam fasa kalsit dan vaterit disamping itu peralatan yang digunakan cukup mahal. Metode kaustik soda dengan menggunakan larutan sodium hidroksida. Namun kualitas PCC yang dihasilkan dari proses ini kurang baik karena distribusi ukuran partikel PCC sangat beragam serta kandungan residu $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang berlebih. Metode pencampuran larutan (*solway*) seperti yang dilakukan oleh (Lin *et al.*, 2020) dengan suhu 25°C . Metode ini umumnya digunakan dalam aplikasi farmasi karena batas kelarutannya yang tinggi sehingga memberikan kuantitas produk yang banyak dan parameter *raw-material* yang dapat terukur.

Berdasarkan uraian tersebut pada penelitian ini menggunakan metode *solway* (presipitasi) dimana pembentukan CaCO_3 dapat melalui proses pencampuran larutan Na_2CO_3 ke dalam larutan CaCl_2 sehingga terbentuk endapan CaCO_3 dan filtrat NaCl . Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kandungan CaCO_3 dari serbuk cangkang kerang Mutiara (*P. maxima*) dan mengetahui perubahan karakteristik CaCO_3 hasil proses sintesis dengan metode presipitasi ditinjau dari struktur kristal, gugus fungsi, dan kristalinitas. Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan fasa CaCO_3 kalsit dengan kemurnian yang tinggi, sehingga diharapkan kandungan CaCO_3 yang terkandung dalam cangkang *P. maxima* dapat dikembangkan sebagai aplikasi dalam berbagai bidang industri maupun medis.

Experimental Method

Bahan-bahan

Bahan baku penelitian ini adalah cangkang kerang mutiara (*Pinctada maxima*) yang diperoleh dari desa Jerowaru kecamatan Jerowaru. Cangkang kerang dipreparasi dengan cara meliputi, pencucian, pengeringan, pengecilan ukuran, pengovenan pada suhu 105°C . cangkang selanjutnya dihaluskan menggunakan gerinda dan diayak *mesh* (gambar 1). Serbuk cangkang kerang kemudian dikarakterisasi menggunakan alat XRF, FTIR, dan XRD. Bahan kimia yang digunakan adalah aquades, HCl, natrium hidroksida (NaOH), natrium karbonat (Na_2CO_3).

Metode

Untuk mendapatkan senyawa CaCO_3 dari cangkang kerang mutiara dilakukan ekstraksi dan sintesis serbuk, metode yang digunakan untuk sintesis CaCO_3 berturut-turut yaitu metode presipitasi.

Sintesis CaCO_3

Sintesis CaCO_3 menggunakan metode presipitasi memiliki tahapan yaitu pemurnian dan reproduksi. Serbuk yang sudah diayak dicampurkan larutan NaOH, disentrifugasi 6000 rpm selanjutnya pencucian dengan air deionisasi sampai pH netral. Selanjutnya hasil filtrat ditambahkan HCl dan dihasilkan CaCl_2 . Tahap reproduksi dilakukan melalui pencampuran CaCl_2 dan Na_2CO_3 selanjutnya distirrer dan sentrifugasi, dilanjutkan proses pengeringan endapan dengan oven pada suhu 100°C [8].

Analisis Karakteristik Serbuk CaCO_3

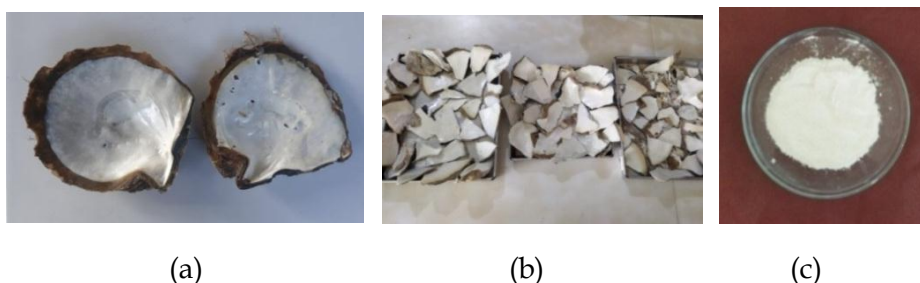
Analisis karakteristik terhadap CaCO_3 dari cangkang kerang mutiara meliputi analisis unsur kimia menggunakan alat *X-Ray Fluorescence Spectrometer* (XRF), analisis

gugus fungsi menggunakan alat *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), dan analisis struktur kristal dengan mengkarakterisasi puncak-puncak intesis pada nilai 2θ menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

Result and Discussion

5.1 Karakteristik Serbuk Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada maxima*)

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan sampel serbuk cangkang kerang Mutiara (*Pinctada maxima*) yang diperoleh dari perairan Lombok, Nusa Tenggara Barat dapat dilihat pada gambar 5.1.



Gambar 5.1 Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada maxima*) (a) Bentuk Cangkang, (b) Pecahan Cangkang, (c) Serbuk Cangkang

Serbuk cangkang kerang Mutiara memiliki ciri-ciri berwarna putih kekuningan, hal ini dikarenakan terdapat mineral pengotor pada kulit terluar yang menyebabkan warna dari cangkang tidak berwarna putih. Perubahan warna dari serbuk akan terlihat jelas saat proses sintesis. Hasil analisis kandungan CaCO_3 serbuk cangkang kerang Mutiara diperoleh dari pengujian titrasi asam-basa sebesar 89,93%. Hasil ini menunjukkan serbuk cangkang kerang mutiara memiliki kandungan CaCO_3 yang cukup tinggi. Untuk membuktikan hasil dari pengujian titrasi asam-basa tersebut pada penelitian ini dilakukan karakterisasi serbuk cangkang kerang *P. maxima* yaitu menggunakan pengujian XRF, FTIR, dan XRD.

Analisis XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur dan senyawa oksida yang terkandung dalam serbuk cangkang kerang *P. maxima*. Hasil analisis komposisi kandungan penyusun unsur kimia dan senyawa oksida serbuk *P. maxima* menggunakan XRF dapat dilihat pada tabel 5.1 berikut.

Tabel 5.1 Kandungan Penyusun Unsur Kimia dan Senyawa Oksida Serbuk Cangkang Kerang Mutiara dan Batu Kapur

Unsur	Komposisi (%wt)		Senyawa Oksida	Komposisi (%wt)	
	Cangkang kerang	Batu kapur*		Cangkang kerang	Batu kapur*
Ca	98,44	98,77	CaO	98,63	98,20
Fe	0,086	-	Fe ₂ O ₃	0,085	-
S	0,08	-	SO ₃	0,2	-
Sr	0,69	0,254	SrO	0,54	0,187
Mo	0,1	0,0257	MoO ₃	0,08	0,0241
Yb	0,49	-	YbO ₃	0,39	-
Lu	0,1	-	Lu ₂ O ₃	0,08	-
Si	-	0,81	SiO ₂	-	1,47

Ti	-	0,043	TiO ₂	-	0,045
Nb	-	0,364	Nb ₂ O ₃	-	0,0324
In	-	0,123	In ₂ O ₃	-	0,0093
Sb	-	0,0119	Sb ₂ O ₃	-	0,0089
Ru	-	0,0098	RuO ₄	-	0,0081
Te	-	0,0098	TeO ₂	-	0,0076
Sn	-	0,0096	SnO ₂	-	0,0076
Total	99,986	100,43	Total	100,005	100

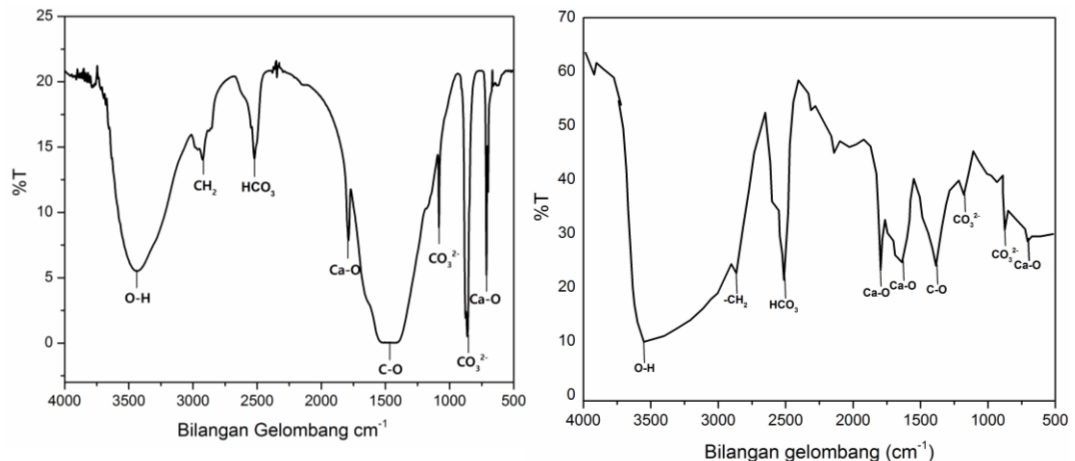
* [9]

Tabel 5.1 memperlihatkan kandungan unsur Ca dan oksida CaO cangkang kerang *P. maxima* yang sangat tinggi yaitu sebesar 98,44% dan 98,63%, sementara kandungan unsur dan oksida logam lainnya berada pada jumlah yang relatif kecil (kurang dari 1%). Hal ini menunjukkan bahwa di dalam cangkang *P. maxima* memiliki kandungan kalsium yang dominan dibandingkan dengan unsur-unsur lainnya. Hal ini juga mempengaruhi kemurnian CaCO₃ di dalam cangkang *P. maxima* bergantung pada variasi unsur pengotor yang terkandung didalamnya seperti besi, sulfur, stronsium, molibdenum, iterbium, dan lutesium yang dapat mempengaruhi kualitas CaCO₃ yang terdapat dalam cangkang *P. maxima* sesuai dengan penelitian dari [1].

Unsur Ca memiliki kadar yang sangat tinggi dalam cangkang *P. maxima*. Penelitian ini sejalan dengan penelitian [7] tetapi menggunakan sampel yang berbeda (sampel organisme lain), dapat dilihat pada tabel 3.3. Hasil ini menunjukkan bahwa di dalam cangkang *P. maxima* memiliki kandungan kalsium yang tinggi sebagai penyusun utama cangkang. Berdasarkan dari uraian tersebut bahwa cangkang kerang *P. maxima* mengandung CaCO₃ yang tinggi seperti cangkang organisme lain.

Persentase unsur Ca ini juga dapat dilihat dari persentase kandungan Ca antara cangkang *P. maxima* dan batu kapur. Berdasarkan tabel 5.1 dapat terlihat adanya perbedaan unsur-unsur penyusun dari *P. maxima* dan batu kapur dengan didominasi oleh kandungan Ca dan oksida CaO. Perbedaan unsur-unsur penyusun ini disebabkan oleh cara pembentukan dan tempat hidup dari kedua jenis material yang berbeda. Kandungan Ca dari *P. maxima* dibandingkan dengan batu kapur menunjukkan tingkat kandungan CaCO₃ pada cangkang kerang sebanding dengan CaCO₃ yang ada dalam batu kapur, adanya unsur-unsur pengotor juga mempengaruhi komposisi yang terkandung dalam sampel, sehingga hasil ini bisa dapat berubah jika diamati dari sampel yang berbeda.

Identifikasi karakteristik menggunakan FTIR untuk membuktikan adanya gugus fungsi CaCO₃ yang terdapat pada cangkang kerang *P. maxima*. Hasil analisis spektra IR pada cangkang kerang teridentifikasi pita serapan seperti gambar 5.2 dan tabel 5.2 berikut.



bersifat metastabil sehingga dapat mengalami perubahan atau diagenesa menjadi bentuk lain yang lebih stabil. Adanya mineral kalsit didalam kerang *P. maxima* merupakan hasil ubahan (diagenesa) dari mineral aragonit.

Pada penelitian ini juga menunjukkan perbedaan pola difraksi pada cangkang kerang dengan pola difraksi batu kapur. Perbandingan tersebut diperoleh dari data hasil pengujian XRD serbuk cangkang *P. maxima* dibandingkan terhadap peak 2 θ dan intensitas relatif pada standar JCPDS (*Join for Powder Diffraction Data Standars*) kode No. 00-05-0463 dan No. 01-085-1108 dengan standar JCPDS batu kapur kode No. 00-05-0586 yang dapat dilihat pada lampiran 6. Hal ini menunjukkan perbedaan pada fasa kristal cangkang kerang dan batu kapur yaitu cangkang *P. maxima* memiliki fasa kristal aragonit dengan sedikit fasa kalsit sedangkan batu kapur memiliki fasa kristal kalsit murni. Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa sampel serbuk cangkang *P. maxima* tidak jauh berbeda dengan nilai parameter kisi CaCO₃ standar JCPDS (No.00-005-0453) yang dapat dilihat pada tabel 5.3.

Tabel 5.4 Hasil Analisis Kuantitatif XRD Serbuk Cangkang Kerang Mutiara

Variabel	Hasil analisis
Ukuran kristal (nm)	69,8185
<i>Micro strain</i> (%)	0,25619
Volume sel satuan (nm ³)	0,12067
Volume kristalit (nm ³)	204809,522
Jumlah sel (sel)	169727

Tabel 5.4 Menunjukkan hasil analisa variabel uji XRD pada analisis struktur kristal yang dilakukan pada penelitian ini. Pada penelitian ini ukuran kristalit CaCO₃ cangkang *P. maxima* diperoleh sebesar 70 nm. Ketika suatu sampel memiliki volume sel satuan yang rendah dan volume kristalitnya tinggi, maka sel yang menyusun kristal tersebut akan berjumlah banyak. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan meninjau persamaan untuk menghitung jumlah sel yaitu pada persamaan 3.9 pada penelitian ini dapatkan volume kristal dari CaCO₃ seperti pada tabel 5.4.

5.2 Identifikasi Hasil Sintesis CaCO₃

Sintesis CaCO₃ dari cangkang kerang Mutiara menggunakan metode presipitasi. Sintesis presipitasi CaCO₃ menggunakan metode *solway* pada konsentrasi larutan CaCl₂ dan Na₂CO₃ yaitu 1 M dengan temperatur 25°C kecepatan pengadukan 400 rpm selama 2 jam dan 4 jam. Hasil analisis komposisi kandungan kimia serbuk hasil proses sintesis menggunakan XRF ditunjukkan pada tabel 5.3 berikut ini:

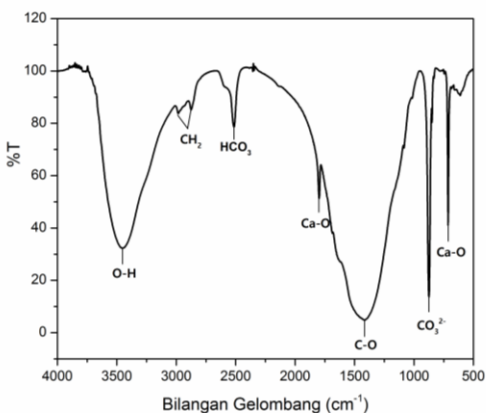
Tabel 5.3 Kandungan Penyusun Unsur Kimia Cangkang Kerang Mutiara
Proses Sintesis

Kandungan (Unsur)	Komposisi (%)	Kandungan (Senyawa Oksida)	Komposisi (%)
Ca	98,13	CaO	98,20
Fe	0,082	Fe ₂	0,080
Cu	0,047	CuO	0,039
Sr	0,72	SrO	0,57
Mo	0,74	MoO ₃	0,90
Lu	0,17	Lu ₂ O ₃	0,13

Co	0,097	Co ₃ O ₄	0,088
----	-------	--------------------------------	-------

Tabel 5.3 memperlihatkan kandungan Ca dan CaO cangkang kerang yang tinggi yaitu dengan menggunakan metode sintesis presipitasi sebesar 98,13% dan 98,20%, sementara unsur dan oksida logam lainnya berada pada jumlah yang relatif kecil (< 1%). Persentase ini menunjukkan bahwa kalsium yang ada dalam serbuk hasil sintesis memiliki kandungan CaCO₃ yang cukup tinggi. Dari hasil penelitian ini didapatkan hasil presipitasi yang tinggi sebesar 95,27% disebabkan dari reaksi sempurna dari CaCl₂ dan Na₂CO₃. Hasil titrasi ini lebih tinggi dibandingkan dengan persentase kandungan CaCO₃ serbuk cangkang kerang Mutiara (*P. maxima*). Hasil unsur Ca dan oksida (CaO) ini sesuai dengan syarat mutu CaCO₃ presipitasi (ISO 3262-2:1998) yaitu mempunyai kemurnian sekitar 96-99,99%, berwarna putih dengan tingkat kecerahan yaitu >95% [11]. Hasil rendemen dihitung dengan persamaan (3.1) didapatkan persentase rendemen sebesar 16,27 %.

Keberadaan ion karbonat pada serbuk cangkang *P. maxima* hasil sintesis presipitasi diperkuat oleh hasil analisis FTIR. Spektrum FTIR pada sampel CaCO₃ hasil sintesis berupa data adsorbansi pada puncak serapan 4000-500 cm⁻¹, sesuai gambar 5.3.



Gambar 5.4 Spektrum FTIR CaCO₃ hasil proses sintesis

Puncak serapan CO₃²⁻ ditunjukkan pada vibrasi 1082,97 cm⁻¹, 875,55 cm⁻¹, dan 874,15 cm⁻¹ dengan pita serapan tajam. Puncak serapan ini merupakan karakteristik umum dari ion karbonat dalam kalsium karbonat dan moda dasar getaran molekul (Ramasamy, 2018). Hal ini telah menggambarkan gugus pada CaCO₃ sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh [12];[7]. *Carboxyl group* terdapat pada puncak serapan dan gugus fungsi C-O. Puncak serapan vibrasi Ca-O dan C-H mengindikasikan karakteristik dari fasa kalsit (Luo, 2020). Puncak serapan pada 3433 cm⁻¹ merupakan O-H *stretching vibration* dimana H₂O teradsorpsi lemah pada permukaan karbonat. Adapun puncak serapan dari gugus fungsi CaCO₃ dapat dilihat pada tabel 5.3 berikut ini.

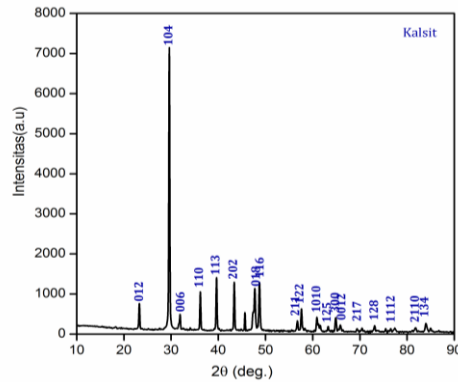
Tabel 5.5 Puncak Serapan CaCO₃ Hasil Sintesis

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)			Gugus fungsi
Cangkang kerang	Batu kapur	Referensi*	
712,96	711,5	712; 710	Ca-O
874,5	875,7	874; 876	CO ₃ ²⁻
-	1083,9	1081;1083	CO ₃ ²⁻ <i>stretching</i>

1416,15	1433,1	1451; 1466	C-O stretching
1798,53	1795,7	712; 710	Ca-O stretching

*[7]

Untuk melihat struktur kristal yang terbentuk pada hasil sintesis CaCO_3 dapat menggunakan pengujian karakterisasi XRD. Karakterisasi XRD ini digunakan untuk mengetahui pola difraksi yang terbentuk pada suatu material. Hasil karakterisasi XRD serbuk CaCO_3 dari cangkang kerang Mutiara proses sintesis dengan metode presipitasi ditunjukkan pada gambar 5.5



Gambar 5.5 Spektrum XRD CaCO_3 sintesis presipitasi

Berdasarkan hasil pada gambar 5.5 Menunjukkan bahwa serbuk cangkang kerang Mutiara hasil sintesis presipitasi mempunyai fasa kalsit sepenuhnya, hal ini dibuktikan dengan semua puncak difraksi menyatakan CaCO_3 dalam fasa kalsit murni sesuai dengan JCPDS No.01-072-1651. Pada penelitian ini, hasil analisis telah terbentuk serbuk CaCO_3 memiliki 100% fasa kalsit dengan sistem kristal rhombohedral, terbentuk pada sudut difraksi 2θ sebesar $29,41^\circ$ ditunjukkan dengan terdapatnya puncak utama dengan intensitas yang tinggi pada indeks miller (104). Selain puncak utama, terdapat puncak-puncak lain yang juga merupakan karakteristik dari CaCO_3 fasa kalsit yang dapat dilihat pada gambar 5.4, yang memiliki parameter kisi (JCPDS No.01-072-1651) $a = 5,01 \text{ \AA}$, $b = 5,01 \text{ \AA}$, $c = 17,1 \text{ \AA}$. Unsur-unsur pengotor tidak dapat terdeteksi oleh alat XRD, hal ini dikarenakan jumlah unsur pengotor yang sangat kecil dan intensitas difraksinya kemungkinan berada diluar daerah 2θ (90°).

Gambar 5.5 metode sintesis menunjukkan puncak fasa kalsit hasil ini diperkuat dengan definisi bahwa fasa kalsit adalah fasa paling stabil sedangkan fasa vaterit adalah fasa yang sangat tidak stabil dan dalam suatu keadaan akan berubah menjadi fasa kalsit. hal ini disebabkan karena pada proses penelitian ini kemungkinan terdapat perbedaan pada konsentrasi dan temperatur yang digunakan pada penelitian [8]. Pengaruh temperatur terhadap perubahan fasa kristal CaCO_3 telah dipelajari dengan seksama pada beberapa penelitian, sehingga pada penelitian ini bisa dikatakan berhasil dalam mensintesis fasa kristal CaCO_3 .

Pada penelitian ini, derajat kristalinitas pada sampel sebelum sintesis dan sampel sesudah sintesis berturut-turut menghasilkan nilai sebesar 34,6826% dan 56,5963%. Derajat kristalinitas dari sampel hasil sintesis lebih dari 50%, hal ini menunjukkan bahwa sampel sudah berbentuk kristal sedangkan untuk serbuk cangkang kerang masih berbentuk amorf.

Tabel 5.4 Hasil analisis kuantitatif XRD sampel CaCO₃ hasil sintesis

Variabel	Hasil analisis
Ukuran kristal (nm)	34,865
<i>Micro strain</i> (%)	0.25255
Volume sel satuan (nm ³)	0,3717
Volume kristalit (nm ³)	22179,2782
Jumlah sel (sel)	59669,84

Pengujian menggunakan XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui regangan mikro (*micro strain*). Cacat kristal pada sampel dapat terjadi pada saat proses sintesis dan pabrikasi, umumnya dapat berupa kekosongan sisi kisi yang seharusnya ditempati oleh atom, adanya atom lain yang ukurannya lebih besar atau kecil, terdapat kesalahan tumpukan atau terdapat hal lain yang dapat menyebabkan deformasi elastis akibat adanya regangan mikro dalam sistem kristal (Zainul, 2021). Hasil XRD juga memberikan informasi mengenai sel penyusun kristalit yang dapat dihitung berdasarkan nilai volume sel satuan dan volume kristalit.

Conclusion

3.3 Kesimpulan

1. Kandungan senyawa CaCO₃ serbuk cangkang *P. maxima* diperoleh dari uji titrasi asam-basa yaitu sebesar 89,39 %, analisis XRF menunjukkan serbuk memiliki unsur Ca dan CaO yang dominan sebesar 98,44% dan 98,63%. Hasil FTIR menunjukkan analisis komposisi ion karbonat pada gugus fungsi C-O, CO₃²⁻ dan Ca-O. kemudian fasa kristal serbuk cangkang kerang setelah dikomparasi dengan data JCPDS yaitu memiliki fasa kristal aragonit dengan struktur kristal orthorhombik dan bercampur sedikit kalsit dengan struktur kristal rhombohedral. Ukuran kristal didapatkan sebesar 70 nm.
2. Serbuk CaCO₃ hasil sintesis mengalami perubahan struktur kristal, gugus fungsi, dan kristalinitas yaitu berdasarkan analisis FTIR menunjukkan adanya gugus karbonat dari fasa kalsit. Hasil analisis uji XRD ditandai dengan perubahan struktur kristal yaitu terbentuk fasa kalsit dengan kemurnian tinggi dengan struktur kristal rhombohedral. Persentase derajat kristalinitas didapatkan sebesar 56,60% dengan ukuran kristal sebesar 35 nm.

Acknowledgment

Special thanks to mrs. Susi Rahayu S.Si., M.Si. and mrs. Dian Wijaya Kurniawidi M.Si for their kindly advice of my thesis

References

- [1] K. Wahyuningsih, Jumeri, and Wagiman, "Optimization of production process of nano-calcium oxide from *pinctada maxima* shell by using taguchi method," *Indones. J. Chem.*, vol. 19, no. 2, pp. 356-367, 2019, doi: 10.22146/ijc.33871.
- [2] Q. Lailiyah, M. A. Baqiya, and D. Darminto, "Pengaruh Temperatur dan Laju Aliran Gas CO₂ pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat dengan Metode Bubbling," *J. Sains dan Seni ITS*, vol. 1, no. 1, pp. B6-B10, 2012, [Online]. Available: http://ejournal.its.ac.id/index.php/sains_seni/article/view/287
- [3] E. Cahyono, J. F. Jonas, B. A. Lalenoh, and N. Kota, "Karakterisasi Kalsium Karbonat

- (CaCO₃) Dari Cangkang Landak Laut (*Diadema setosum*)," *J. Fishtech*, vol. 8, no. 1, pp. 28–34, 2019, doi: 10.36706/fishtech.v8i1.7643.
- [4] Z. Wang, S. Jiang, Y. Zhao, and M. Zeng, "Materials Science & Engineering C Synthesis and characterization of hydroxyapatite nano-rods from oyster shell with exogenous surfactants," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 105, no. March, p. 110102, 2019, doi: 10.1016/j.msec.2019.110102.
- [5] S. Maleki Dizaj, S. Sharifi, E. Ahmadian, A. Eftekhari, K. Adibkia, and F. Lotfipour, "An update on calcium carbonate nanoparticles as cancer drug/gene delivery system," *Expert Opin. Drug Deliv.*, vol. 16, no. 4, pp. 331–345, 2019, doi: 10.1080/17425247.2019.1587408.
- [6] M. A. W. Hariyati, Anis Shofiyani, "EKSTRAKSI KALSIMUM KARBONAT (CaCO₃) DARI BAHAN DASAR CANGKANG KERANG ALE-ALE (*Meretrix meretrix*) PADA TEMPERATUR KALSINASI 500°C," *J. Kim. Khatulistiwa*, vol. 8, no. 1, pp. 54–58, Mar. 2019, Accessed: Aug. 24, 2022. [Online]. Available: <https://jurnal.untan.ac.id/index.php/jkkmipa/article/view/32536>
- [7] S. Muljani, E. A. Saputra, and K. Sumada, "Transformation of Calcium Carbonate Polymorph From Various Type of Shells by Carbonation Methods," *Reaktor*, vol. 21, no. 1, pp. 27–34, 2021, doi: 10.14710/reaktor.21.1.27-34.
- [8] P. Y. Lin *et al.*, "Preparation of vaterite calcium carbonate granules from discarded oyster shells as an adsorbent for heavy metal ions removal," *Chemosphere*, vol. 254, p. 126903, 2020, doi: 10.1016/j.chemosphere.2020.126903.
- [9] S. Tasari, Iqbal, and Badaruddin, "Penentuan Lama Kalsinasi Kalsium Karbonat CaCO₃ dari Batu Kapur Tanjung Karang Kabupaten Donggala," *Gravitasi*, vol. 18, no. 2, pp. 137–147, 2020, doi: 10.22487/gravitasi.v18i2.15077.
- [10] O. J. Kalesaran, C. Lumenta, R. Rompas, and G. Mamuaya, "Komposisi mineral cangkang kerang mutiara *Pinctada margaritifera* di Sulawesi Utara," *e-Journal Budid. Perair.*, vol. 6, no. 1, pp. 25–30, 2018, doi: 10.35800/bdp.6.1.2018.24126.
- [11] L. Yuliatun, E. S. Kunarti, U. G. Mada, K. Gigi, and U. G. Mada, "Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Cangkang Kerang melalui Pelarutan , Karbonasi , dan Sonikasi Preparation of Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from Shells through Dissolution , Carbonation , and Sonication," vol. 12, no. 1, pp. 27–31, 2023, doi: 10.24815/jacps.v12i1.29095.
- [12] Diningsih, "Indonesian Physical Review," vol. 5, no. 3, pp. 208–215, 2022.
- [13] D. B. Trushina, T. V Bukreeva, and M. N. Antipina, "Size-Controlled Synthesis of Vaterite Calcium Carbonate by the Mixing Method : Aiming the Nanosized Particles Size-Controlled Synthesis of Vaterite Calcium Carbonate by the Mixing Method : Aiming for Nanosized Particles," no. January, 2016, doi: 10.1021/acs.cgd.5b01422.